



**Titre:** Le soudage par fusion des géomembranes PEHD  
Title:

**Auteur:** Pierre Sarazin  
Author:

**Date:** 1998

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Sarazin, P. (1998). Le soudage par fusion des géomembranes PEHD [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.  
Citation: <https://publications.polymtl.ca/6923/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/6923/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de  
recherche:**  
Advisors:

**Programme:** Non spécifié  
Program:

## **NOTE TO USERS**

**This reproduction is the best copy available**

**UMI**



UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

**LE SOUDAGE PAR FUSION  
DES GÉOMEMBRANES PEHD**

PIERRE SARAZIN  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
(GÉNIE MÉCANIQUE)  
SEPTEMBRE 1998

© Pierre Sarazin, 1998.



**National Library  
of Canada**

**Acquisitions and  
Bibliographic Services**

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

**Bibliothèque nationale  
du Canada**

**Acquisitions et  
services bibliographiques**

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file    Votre référence*

*Our file    Notre référence*

**The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.**

**The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.**

**L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.**

**L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.**

0-612-38709-7

**Canada**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

**LE SOUDAGE PAR FUSION  
DES GÉOMEMBRANES PEHD**

Présenté par : SARAZIN Pierre

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise Ès Sciences Appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. YELLE Henri, Ph.D., président

M. FISA Bohuslav, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. MLYNAREK Jacek, Dr.Sc., membre et codirecteur de recherche

M. SANSCHAGRIN Bernard, D.Ing., membre

*Pour P. Dewey Dell*

## REMERCIEMENTS

Mes remerciements vont tout d'abord à mes directeurs de recherche, Monsieur Fisa et Monsieur Mlynarek, dont les qualités complémentaires ont permis que cette étude se déroule dans un environnement privilégié et équilibré. Tout particulièrement, je tiens à remercier Monsieur Mlynarek pour m'avoir confié ce sujet et entrepris les démarches nécessaires pour réaliser cette Maîtrise.

Par ailleurs, je remercie l'équipe de SAGEOS, le Centre des Technologies Géosynthétiques, à Saint-Hyacinthe, pour son accueil et son aide, particulièrement Éric Blond, Liette Courchesne, Jacek Mlynarek et Olivier Vermeersch. Cette étude a été possible grâce au soutien de SAGEOS, qui a fourni l'ensemble du matériel utilisé dans cette recherche : les géomembranes, la machine de soudage et les divers outils d'analyse.



## RÉSUMÉ

Les conditions de soudage sont toujours d'actualité lors des discussions techniques concernant le comportement des géomembranes. De plus en plus, on s'interroge sur la définition d'une bonne soudure, la manière de vérifier les propriétés d'une bonne soudure et sur le choix des conditions de soudage.

Après une étude bibliographique sur le soudage des géomembranes PEHD, sont présentés les résultats expérimentaux du soudage en laboratoire pour vérifier l'influence des conditions de soudage sur la qualité des soudures des géomembranes PEHD obtenues. Cette étude fait suite à celle de Struve (1993) sur l'évaluation des soudures en fonction des conditions de soudage pour une machine particulière. Afin de limiter les variables, un seul rouleau de géomembrane a servi pour cette étude.

Une soudeuse à élément chauffant produisant une double soudure a été utilisée dans les conditions idéales de laboratoire. 64 différentes soudures ont été obtenues en faisant varier les trois principaux paramètres de soudage : température de l'élément chauffant (entre 300 et 500°C), force des rouleaux de pression (entre 220 et 770N), et vitesse de soudage (entre 4.5 et 20 pieds/minute (ft/min)).

Ensuite, l'aspect des feuilles soudées a été examiné et les paramètres dimensionnels des soudures ont été mesurés pour toutes les conditions. Afin d'évaluer la qualité des joints, toutes les soudures ont été testées avec l'essai de pelage de la norme ASTM D4437. L'analyse des résultats a permis de convenir que l'on ne pouvait pas différencier les conditions de soudage avec cet essai, à l'exception de celles qui fournissent des adhésions insuffisantes entre les deux feuilles, ces dernières se séparant alors au cours de l'essai.

La technique de calorimétrie différentielle (DSC) a été utilisée sur des échantillons de géomembranes pour analyser l'influence de cycles thermiques s'approchant de ceux du soudage. Après les essais thermiques, les degrés de cristallinité, températures de fusion

et temps d'induction à l'oxydation (OIT) ont été mesurés. Entre l'essai à 400°C et celui à 450°C, il semble que le taux de cristallinité augmente de façon appréciable tandis que le temps d'induction à l'oxydation diminue fortement. Comme recommandations, des améliorations concernant la machine de soudage et les méthodes d'essai pour contrôler la qualité des soudures sont proposées, comme des essais de fissuration sous charge constante et un essai de pelage perfectionné.

## ABSTRACT

Welding conditions of HDPE geomembranes are always an important issue during all technical discussions concerning behavior of geomembranes. Questions arise on definition of a good seam, quantification of the properties of this good seam and a choice of welding conditions.

This thesis presents a review of bibliography on the fusion welding of HDPE geomembranes and results of laboratory research on the influence of welding conditions on the quality of HDPE geomembrane seams. This work is a continuation of the pioneer article presented by Struve (1993) on the relation between welding machine conditions and resulting seams. In order to limit the material variables, only one HDPE geomembrane roll has been selected for the program.

Double fusion wedge welder has been used to produce seams in ideal laboratory conditions. Three welding parameters have been changed during seam production: wedge temperature, nip force and speed of welding. The applied wedge temperature varied between 300 and 500°C, nip force between 220 to 770N, while speed of welding varied between 4.5 and 20 ft/min. 64 different welds have been obtained.

At the end of welding process the appearance of all welds and their thickness were examined and measured. To assess the seam quality, a series of ASTM D4437 peel tests has been carried out on each of samples. The analysis of the results has shown that the ASTM D4437 peel test could not differentiate the welding conditions. Only evidently bad seams in which the insufficient adhesion between both the sheets has been observed, can be detected by the ASTM D4437 peel procedure.

The DSC technique has been used to analyze the influence of thermal cycle, close to the welding cycle, on the polyethylene geomembrane specimens, in terms of degree of crystallization, melting temperature and oxidation induction time. The rate of crystallinity

seemed to increase in an appreciable way between 400 and 450°C temperatures of the test, while the oxidation induction time reduced highly. As conclusion, recommendations have given on the improvements of the welding machine and the welding control tests, such as the stress cracking tests and an improved peel test.

## TABLE DES MATIÈRES

Dédicace .....	iv
Remerciements .....	v
Résumé .....	vi
Abstract .....	viii
Liste des tableaux .....	xiv
Liste des figures .....	xv
 <b>INTRODUCTION .....</b>	 <b>1</b>
 <b>CHAPITRE 1. LES GÉOMEMBRANES .....</b>	 <b>6</b>
<b>1.1. Les types de géomembranes .....</b>	<b>6</b>
<b>2.2. La géomembrane PEHD .....</b>	<b>6</b>
2.2.1. Identité .....	6
2.2.2. Rupture des géomembranes .....	8
 <b>CHAPITRE 2. LE SOUDAGE .....</b>	 <b>17</b>
<b>2.1. Introduction .....</b>	<b>17</b>
<b>2.2. Recherche bibliographique .....</b>	<b>20</b>
2.2.1. Les essais pour contrôler la qualité des soudures .....	20
2.2.2. L'optimisation des conditions de soudage des géomembranes .....	25

2.2.3. Connaissances particulières sur le soudage du polyéthylène .....	35
2.2.2.1. Le soudage bout à bout des tubes .....	36
2.2.3.2. L'électrosoudage des tubes .....	41
2.2.3.3. La soudabilité et l'oxydation de la pièce en polyéthylène ..	46
2.2.4. Conclusion .....	51
2.2.5. Discussion .....	52
<b>2.3. La machine de soudage .....</b>	<b>54</b>
2.3.1. Introduction .....	54
2.3.2. La machine de soudage utilisée par Struve .....	54
2.3.2.1. Idées générales pour la conception de la machine .....	54
2.3.2.2. Le design mécanique de la machine .....	58
2.3.2.3. Design électronique.....	62
2.3.3. Caractéristiques de la machine de soudage utilisée .....	67
<b>2.4. Expérimentation du soudage .....</b>	<b>71</b>
2.4.1. Introduction .....	71
2.4.2. Conditions expérimentales .....	74
2.4.3. Le procédé de soudage .....	78
 <b>CHAPITRE 3. L'ÉVALUATION DES SOUDURES .....</b>	 <b>84</b>
<b>3.1. Introduction .....</b>	<b>84</b>
<b>3.2. Description des soudures .....</b>	<b>85</b>
<b>3.3. Évaluation visuelle des joints .....</b>	<b>96</b>
3.3.1. Observation de l'aspect extérieur des lignes de soudure .....	96
3.3.2. Observation en coupe des soudures .....	106
<b>3.3. Conclusion .....</b>	<b>113</b>
<b>3.4. L'essai de pelage .....</b>	<b>114</b>

3.4.1. Introduction .....	114
3.4.2. Échantillonnage et conditions d'essai .....	114
3.4.3. Résultats .....	116
3.4.3.1. Résultats classiques .....	116
3.4.3.2. Valeurs de force maximale .....	124
3.4.3.3. Les types de rupture .....	137
3.5. Conclusion .....	146

## **CHAPITRE 4. ESSAIS THERMIQUES ..... 148**

<b>4.1. Introduction .....</b>	<b>148</b>
<b>4.2. Section expérimentale .....</b>	<b>151</b>
<b>4.3. Résultats .....</b>	<b>158</b>
4.3.1. Résultats globaux .....	158
4.3.2. Conséquences du procédé thermique .....	161
4.3.2.1. Analyse thermique du spécimen de référence .....	161
4.3.2.2. Influence de la température fixée pour le procédé sur la température de fusion et le taux de cristallinité .....	162
4.3.2.3. Influence des vitesses de refroidissement sur la température de fusion et le taux de cristallinité .....	166
4.3.2.4. Discussion .....	169
4.3.3. L'essai OIT .....	170
<b>4.4. Conclusion .....</b>	<b>173</b>

<b>CHAPITRE 5. DISCUSSION .....</b>	<b>174</b>
<b>5.1. La machine de soudage .....</b>	<b>174</b>
<b>5.2. L'essai de pelage et les conditions sur site .....</b>	<b>177</b>
<b>5.3. De nouveaux essais .....</b>	<b>178</b>
<b>5.4. L'analyse par <i>DSC</i> .....</b>	<b>179</b>
<b>5.5. L'essai d'OIT .....</b>	<b>180</b>
 <b>CONCLUSION .....</b>	 <b>182</b>
 <b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	 <b>183</b>



## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1. Gammes d'utilisation de la machine de soudage étudiée par Struve .....	57
Tableau 2.2. Estimation de la température de l'interface géomembrane - élément chauffant, pour 5 températures .....	78
Tableau 2.3. Déroulement pratique du soudage .....	80
Tableau 3.1. Évaluation des soudures .....	84
Tableau 3.2. Classification proposée pour l'aspect des soudures .....	98
Tableau 3.3. Pertinence des paramètres mesurés au pelage .....	117
Tableau 3.4. Comparaison de la force maximale au pelage avec la limite d'élasticité de la géomembrane initiale .....	124
Tableau 4.1. Programme des essais par DSC .....	150
Tableau 4.2. Étape 1. Conditions du procédé thermique pour simuler les conditions de soudage .....	152
Tableau 4.3. Programme expérimental .....	154
Tableau 4.4. Résultats globaux des essais DSC .....	160
Tableau 5.1. Conditions de soudage convenables .....	176



Figure 2.6. Influence de la température de préchauffage sur la force du pelage .....	28
Figure 2.7. Influence de la vitesse de soudage sur la force du pelage .....	29
Figure 2.8. Influence de l'épaisseur des feuilles sur la vitesse de soudage ..	31
Figure 2.9. Fenêtres de soudage pour 4 valeurs de force des rouleaux de pression (géomembrane HDPE 1.5 mm), Struve, 1993 .....	32
Figure 2.10. Influence de la pression de soudage sur la force de pelage, soudage par extrusion (géomembrane HDPE 40 mils) .....	34
Figure 2.11. Les différentes régions d'une soudure de PEHD (Barber et Atkinson, 1972) .....	39
Figure 2.12. Comportement expérimental au soudage par fusion des microéchantillons en PE (Gueugnaut et al., 1989) .....	44
Figure 2.13. Simulations numériques du comportement au soudage par fusion des microéchantillons en PE (Gueugnaut, 1989) ...	45
Figure 2.14. Perte de soudabilité en fonction du temps, sur un site naturel (soudage par fusion) .....	47
Figure 2.15. Plan de la machine (Struve, 1993) .....	59
Figure 2.16. Assemblage pour assurer le contact entre la géomembrane et l'élément .....	61
Figure 2.17. Représentation du programme du contrôle de la vitesse .....	63
Figure 2.18. Réponse typique de la température de l'élément avant et au début du soudage .....	65
Figure 2.19. Vue principale de la machine de soudage .....	67
Figure 2.20. Élément chauffant (1), plateaux de contrôle des feuilles (2), rouleaux de pression (3) .....	68
Figure 2.21. Vue du plan de l'élément chauffant .....	69
Figure 2.22. Vue latérale de l'élément chauffant 1. Dimensionnement, 2. Positions des sources de chaleur et des thermocouples .....	70

Figure 2.23. Conditions expérimentales de soudage .....	76
Figure 2.24. Soudage des géomembranes PEHD en laboratoire .....	81
Figure 2.25. Soudage des géomembranes PEHD en laboratoire .....	81
Figure 3.1. Section droite d'une double soudure par fusion (double track fusion weld) d'après Thomas et Allen, 1997 .....	85
Figure 3.2. Définition de la double soudure .....	86
Figure 3.3.1. Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 4.5ft/min. ....	88
Figure 3.3.2. Largeur du canal d'air pour la vitesse de 4.5 ft/min. ....	89
Figure 3.4.1. Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 9ft/min. ....	90
Figure 3.4.2. Largeur du canal d'air pour la vitesse de 9 ft/min. ....	91
Figure 3.5.1. Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 13.5ft/min. ...	92
Figure 3.5.2. Largeur du canal d'air pour la vitesse de 13.5 ft/min. ....	93
Figure 3.6.1. Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 20ft/min. (force de 770N) .....	94
Figure 3.6.2. Largeur du canal d'air pour la vitesse de 20 ft/min. (force de 770N) .....	95
Figure 3.7. Exemple d'un bon aspect de la ligne de soudure .....	99
Figure 3.8. Exemple d'une ligne de soudure sur-pressée .....	99
Figure 3.9. Exemple d'une ligne de soudure où la vitesse de soudage n'est pas stabilisée .....	100
Figure 3.10. Exemple d'une ligne de soudure surchauffée (ondulations) ....	100
Figure 3.11.1. Aspect de la ligne de soudure pour la force 220N .....	101
Figure 3.11.2. Aspect de la ligne de soudure pour la force 310N .....	102
Figure 3.11.3. Aspect de la ligne de soudure pour la force 445N .....	103
Figure 3.11.4. Aspect de la ligne de soudure pour la force 580N .....	104
Figure 3.11.5. Aspect de la ligne de soudure pour la force 770N .....	105
Figure 3.12. Photographies de sections droites d'échantillons soudés .....	107

Figure 3.13.1. État de la perle de soudage d'après les sections droites .....	108
Figure 3.13.2. État de la perle de soudage d'après les sections droites .....	109
Figure 3.13.3. État de la perle de soudage d'après les sections droites .....	110
Figure 3.13.4. État de la perle de soudage d'après les sections droites .....	111
Figure 3.13.5. État de la perle de soudage d'après les sections droites .....	112
Figure 3.14. Les types de ruptures, suivant la classification FTB .....	118
Figure 3.15.1. Évaluation des soudures (visuelle et par l'essai de pelage) ..	119
Figure 3.15.2. Évaluation des soudures (visuelle et par l'essai de pelage)..	120
Figure 3.15.3. Évaluation des soudures (visuelle et par l'essai de pelage) ..	121
Figure 3.15.4. Évaluation des soudures (visuelle et par l'essai de pelage) ..	122
Figure 3.15.5. Évaluation des soudures (visuelle et par l'essai de pelage) ..	123
Figure 3.16.1. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')..	127
Figure 3.16.2. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')..	128
Figure 3.16.3. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')..	129
Figure 3.16.4. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')..	130
Figure 3.16.5. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')..	131
Figure 3.17.1. Coefficients de variation des forces .....	132
Figure 3.17.2. Coefficients de variation des forces .....	133
Figure 3.17.3. Coefficients de variation des forces .....	134
Figure 3.17.4. Coefficients de variation des forces .....	135
Figure 3.17.5. Coefficients de variation des forces .....	136
Figure 3.18.1. Types de rupture .....	139
Figure 3.18.2. Types de rupture .....	140
Figure 3.18.3. Types de rupture .....	141
Figure 3.18.4. Types de rupture .....	142
Figure 3.18.5. Types de rupture .....	143
Figure 3.19. L'essai de pelage .....	144

Figure 3.20. Spécimens sans striction après l'essai de pelage	
1. La perle a été décollée pendant l'essai,	
2. La perle n'était pas collée .....	144
Figure 3.21. Pelage : Importante striction .....	145
Figure 3.22. Pelage : Striction faible, suivie d'une déchirure .....	145
 Figure 4.1. Les 15 cycles thermiques effectués par DSC .....	156
Figure 4.2. Comparaison entre un cycle de soudage et une simulation .....	157
Figure 4.3. Courbe de DSC pour le spécimen de l'essai à 500°C .....	159
Figure 4.4. Courbe de DSC (Enthalpie versus Température)	
pour la géomembrane PEHD .....	161
Figure 4.5. Température de fusion versus la température maximale	
de l'essai, pour trois vitesses de refroidissement .....	163
Figure 4.6. Taux de cristallinité versus la température maximale	
de l'essai, pour trois vitesses de refroidissement .....	165
Figure 4.7. Température de fusion versus la vitesse de refroidissement,	
pour 4 températures de chauffage .....	167
Figure 4.8. Taux de cristallinité versus la vitesse de refroidissement,	
pour 4 températures de chauffage .....	168
Figure 4.9. Valeurs d'OIT pour 12 conditions de procédé thermique .....	171

## INTRODUCTION

Une géomembrane est définie comme une membrane synthétique de très faible perméabilité, utilisée dans des infrastructures géotechniques comme couche d'étanchéité pour contrôler la migration de fluides (ASTM D4439). Les géomembranes sont disponibles sous forme de rouleaux (Cf. Figure 0.1), de largeur de l'ordre de 4.5 à 10.5m et d'épaisseur de 1.0, 1.5, 2.0, 2.5mm.

Les géomembranes en polyéthylène de haute densité (PEHD), chargé de noir de carbone, sont essentiellement employées dans la conception des systèmes d'étanchéisation. Après préparation du sol, les feuilles de géomembranes sont installées et soudées entre elles pour recouvrir la surface du site. Ensuite, on aménage par dessus un drain de captage du lixiviat. La Figure 0.2 présente un site d'enfouissement équipé de géomembranes. Dans certains sites, une seconde membrane est disposée, ainsi qu'un deuxième réseau de captage.

Une fois l'alvéole remplie, on procède au recouvrement final du site par une géomembrane ou un géocomposite, confinant les déchets et les polluants dans un espace clos. Puis, le couvercle est lui aussi enseveli, pour des raisons d'esthétisme, mais surtout pour que les géomembranes soient protégées du rayonnement ultraviolet.

Depuis quelques années, de nombreux articles font état de problèmes observés sur des sites non-exploités. Notamment, il semble que les géomembranes peuvent se fissurer sous des déformations biaxiales relativement faibles et que les soudures, dont l'état de contrainte est plus complexe et variable, sont spécialement vulnérables.

En effet, des fissures ou ruptures des feuilles de polyéthylène apparaissent préférentiellement à proximité des soudures. Il semble que les méthodes de contrôle des soudures ne sont pas suffisantes et que l'opération même du soudage peut entraîner une fragilité de la géomembrane. Dernièrement, plusieurs publications comme celle de Thomas (1998) ont présenté la résistance à long terme de soudures prélevées sur site, montrant ainsi la validité des méthodes de caractérisation à long terme pour différencier les soudures. La Figure 0.3 propose un schéma récapitulatif des divers paramètres influençant la qualité des soudures.

Cette méconnaissance de l'opération de soudage et l'incertitude de son contrôle ne sont pas particulières au domaine géotechnique : elles se rencontrent fréquemment pour le soudage des matériaux plastiques. Les méthodes de contrôle des soudures de thermoplastiques ne sont pas aussi bien établies que dans le cas des soudures métalliques. Pour parvenir à une parfaite maîtrise des procédés et obtenir des propriétés optimales des soudures, les actions sont souvent menées au cas par cas.

Ainsi, notre étude a pour principal objectif l'évaluation des conséquences du soudage sur une géomembrane PEHD, en utilisant une machine de soudage particulière. Par ailleurs, notre recherche porte aussi sur l'évaluation de la machine de soudage, dont le design a été amélioré, et les conditions de soudage réalisables avec celle-ci. Pour connaître plus précisément l'influence du soudage sur la structure des feuilles PEHD, des essais thermiques contrôlés sont effectués sur des échantillons.

Notre programme expérimental est constitué des opérations suivantes :

- le soudage d'échantillons provenant d'une géomembrane PEHD ;
- l'évaluation des soudures par l'essai mécanique de pelage ;
- les essais thermiques, en utilisant la calorimétrie différentielle (DSC).

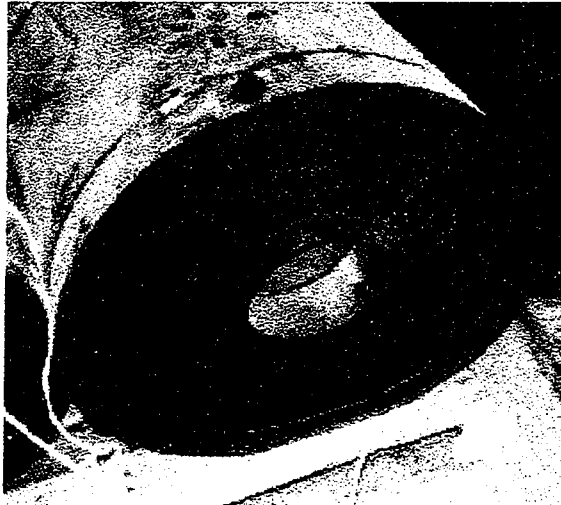


Dans une première partie, nous présentons brièvement les géomembranes et leurs ruptures, ainsi que les techniques de soudage des géomembranes.

La deuxième partie porte sur la technique de soudage employée, ainsi que sur les principales études associées à l'optimisation des conditions de soudage des géomembranes. Tout particulièrement, nous tenons compte de l'étude se rapportant à l'optimisation d'une machine de soudage, modèle très proche de celui que l'on se propose d'utiliser. Des observations sont données sur les recherches entreprises sur le soudage de tubes de polyéthylène. Cette partie s'achève par l'expérimentation du soudage. 64 conditions de soudage ont été mises en oeuvre dans les laboratoires de SAGEOS, Centre des technologies géosynthétiques, à Saint-Hyacinthe (Québec). Diverses remarques concernant cette étape sont proposées.

La troisième partie concerne l'évaluation des soudures. Après avoir présenté les méthodes d'évaluation, l'aspect du joint et la géométrie des soudures sont étudiés en tenant compte des conditions de soudage. Enfin, les résultats de l'essai mécanique de pelage sont analysés et discutés.

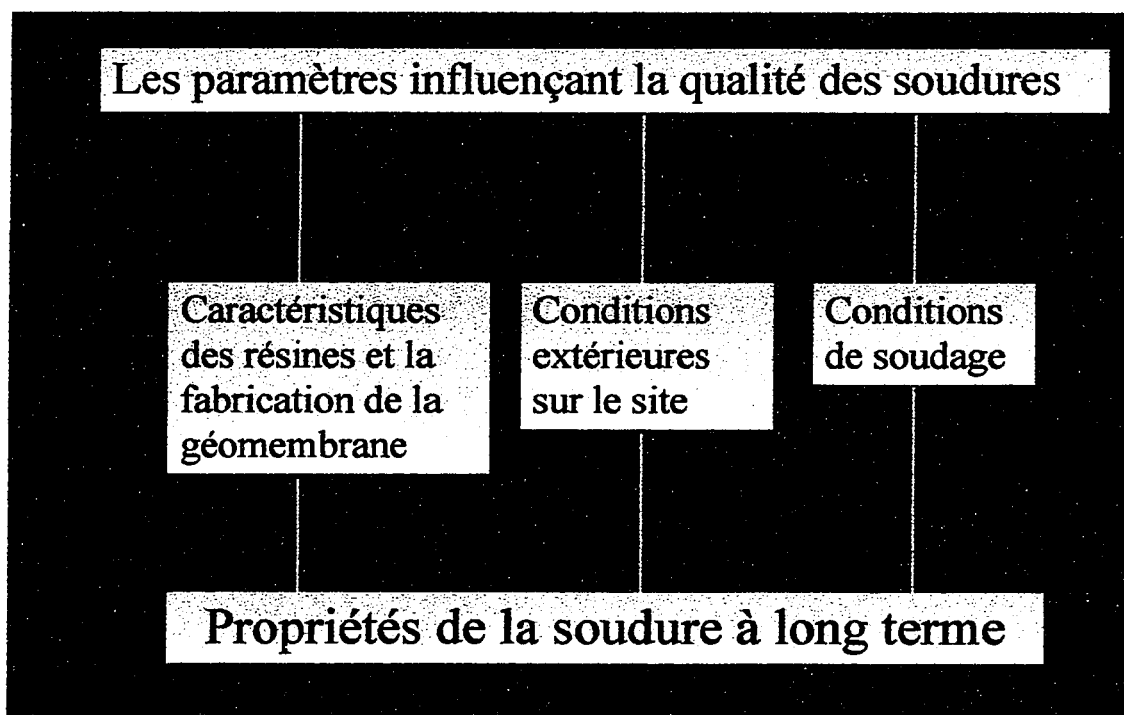
Pour finir, le comportement thermique de la géomembrane a été analysé, en effectuant des cycles thermiques sur des échantillons de géomembrane, afin de connaître les modifications du matériau au cours de ce type d'essai, dont les conditions sont proches de celles du soudage.



*Figure 0.1. Feuille de géomembrane avant installation,  
enroulée pour le stockage*



*Figure 0.2. Géomembranes installées sur un site d'enfouissement*



*Figure 0.3. Paramètres influençant la qualité de soudures*

## **CHAPITRE 1. LES GÉOMEMBRANES**

### **1.1. Les types de géomembranes**

Les géomembranes peuvent être fabriquées à partir de plusieurs polymères. Tout d'abord, les plus nombreuses sont les géomembranes polyéthylène, appelées LLDPE pour celles en polyéthylène basse densité, VLDPE pour celles en polyéthylène de très basse densité, PEHD pour celles en polyéthylène de haute densité, VFPE pour celles dont la composition conduit à un produit très flexible. D'autres sont à base de polychlorure de vinyle (PVC), de polyéthylène chlorosulfoné (CSPE), de polyéthylène téréphtalate (PET), ou de polyamide. Il existe aussi des géomembranes en polypropylène flexible. L'utilisation de cette polyoléfine et des copolymères tels que l'EPDM/PP ou l'EPR/PP est en pleine croissance. Par ailleurs, les membranes bitumineuses, longtemps utilisées pour l'étanchéité des toitures, ont été adaptées pour les ouvrages de géotechnique.

Jusqu'à présent, la géomembrane « PEHD » reste néanmoins la plus utilisée dans les barrières d'étanchéité mixte des cellules de confinement. Elle allie un faible coût avec de bonnes propriétés, comme une résistance inégalée aux attaques chimiques.

### **1.2. La géomembrane PEHD**

#### **1.2.1. Identité**

Dans la classification ASTM (Quirk et Alsamarraie, 1989), le PE des géomembranes est du Medium density ASTM type II. Bien qu'appelée géomembrane "PEHD", le polymère

est de densité moyenne et entre dans l'intervalle  $0.926 - 0.940 \text{ g/cm}^3$  (ASTM D1248), puisque sa densité est comprise entre  $0.934 - 0.940$ . On peut donc l'identifier comme un *MDPE*, *medium density linear copolymer* (et non un *HDPE*, qui réunit les *linear homopolymers*, ou *MDPE*, qui concerne les *branched homopolymer*). Cela signifie que des comonomères en quantité variable sont ajoutés au monomère éthylène.

Les polyéthylène linéaires sont schématisés par  $\text{-(CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_x\text{-(CH}_2\text{-CHR-)}_y\text{-}$  avec  $x$  compris entre 90 et 100% et  $y$  entre 0 et 10%. Le groupement alkyl R est souvent un butyl ou un hexyl.

La composition chimique de la géomembrane est d'environ 96 à 97% de polyéthylène, 2 à 3% de noir de carbone, des stabilisants et additifs en quantité inférieure à 1% (Thomas et Allen, 1997).

Pour le polyéthylène, la température de transition vitreuse ( $T_g$ ), qui correspond au passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique pour la phase amorphe, se situe dans l'intervalle de  $-125$  à  $-20^\circ\text{C}$  selon divers études (Alberola, 1989), avec une nette tendance à se trouver réellement aux alentours de  $-120^\circ\text{C}$ . Quant à la partie cristalline, la température du pic de fusion est d'environ  $95$  à  $140^\circ\text{C}$ . Pour des géomembranes étudiées précédemment (Sarazin, 1996), la température de fusion a été évaluée par calorimétrie différentielle entre  $125$  et  $130^\circ\text{C}$ , tout en possédant une large gamme de fusion puisqu'avec cette méthode d'analyse les premiers cristallites fondent vers  $70^\circ\text{C}$  et les derniers vers  $150^\circ\text{C}$ .

Les géomembranes sont produites par extrusion plate ou bien par extrusion gonflage. L'étude porte sur la catégorie des géomembranes lisses, d'épaisseur comprise entre 1 et 2mm et constituées d'une unique couche, c'est-à-dire que ces géomembranes ne sont ni texturées, ni renforcées et ni coextrudées.

Sur le plan mécanique, le polymère constituant les géomembranes a un comportement élasto-visco-plastique (Gueugnaut, 1995). Bien que les résultats des essais mécaniques standards

montrent leur appartenance à la catégorie des matériaux ductiles, avec une déformation élastique de l'ordre de 12 % et un allongement à la rupture supérieur à 800 % (essai de la méthode ASTM D638), les géomembranes sont sujettes à la fissuration fragile, phénomène qui se développe lentement sous contrainte imposée (Peggs et Carlson, 1990), appelée communément *stress-cracking*.

### 1.2.2. Rupture des géomembranes

Jusqu'à présent, les fissures ont été principalement détectées sur des sites ou parties de sites non exploitées. Les phénomènes de rupture peuvent provenir des feuilles elles-mêmes et de leur résistance aux conditions extérieures, des conditions d'installation et de soudage, des contraintes imposées par la structure du site. Koerner et al., cités par Thomas et Allen dans leur session sur les géomembranes (1997), ont observé des ruptures et ont essayé de leur attribuer une origine, en précisant si celles-ci s'établissaient rapidement ou non.

Il semble que les fissures se produisent préférentiellement à faible distance des joints et présentent généralement des faciès de rupture fragile, avec une quasi absence de déformation plastique. Les ruptures seraient donc pour la plupart attribuables au phénomène de fissuration sous contrainte.

De nombreuses publications ont traité de ce sujet et on dénombre une multitude de facteurs qui sont responsables ou supposés responsables des ruptures. Par exemple, lors du remplissage du site, des déchets contenant des bouts métalliques ou des objets pointus peuvent entailler les géomembranes (Gagné, 1993 ; Jaros, 1991). À priori, ce type d'endommagement ne doit pas se produire en plus grande proportion au niveau des soudures et, comme affirmé précédemment, la détection des défauts a lieu surtout avant le remplissage

des sites. En fait, il semblerait que les entailles préjudiciables sont principalement initiées au moment de l'installation des feuilles.

Pour les sites non exploités, où les géomembranes même protégées sont exposées aux conditions environnementales, les variations thermiques peuvent être élevées : en Amérique du Nord, une géomembrane exposée peut atteindre 80°C le jour et -20°C la nuit, représentant une variation de 100°C sur une période relativement courte. Mais d'après Peggs, cela ne doit pas théoriquement conduire à des phénomènes de fissuration. Cependant, l'exposition aux UV due à une protection insuffisante du site peut être rédhibitoire pour les feuilles, entraînant un vieillissement accéléré de la surface supérieure des feuilles.

Une mauvaise installation des feuilles peut être à l'origine de fissures : des ruptures ont été observées au niveau de plis. On a aussi repéré des fissures amorcées dans des zones où la géomembrane avait été abîmée, pendant le stockage des rouleaux ou pendant la pose.

Enfin, on peut désigner la structure même du site, dont la fabrication peut conduire à des sollicitations très importantes des géomembranes, surtout le long des plans inclinés, au niveau des courbures entre le fond de la cuvette et les pentes et à proximité de l'ancrage des feuilles. La rupture des feuilles serait alors la conséquence d'un état de contrainte non tolérée. La Figure 1.1 présente une fissure dans une soudure (bien qu'elle donne une image d'un phénomène de fissuration, il est possible que cette fissure ait été créée par le procédé de microscopie électronique).



*Figure 1.1. Microphotographie de section droite d'une soudure avec fissure, X 1500, par SEM (Rollin et al., 1991)*

Plus particulièrement, on retiendra les observations concernant les phénomènes de ruptures qui semblent induits par le soudage ou par la géomembrane (la structure de la soudure). En effet, le soudage entraîne à la fois une variation de la microstructure des feuilles au niveau de la zone qui a fondu et une variation de la géométrie de la feuille à proximité de la soudure.

La littérature ne présente pas d'exemple où la résine et les autres constituants, ou bien encore les conditions de fabrication des géomembranes, sont envisagés comme cause de phénomène de fissuration, hormis les agglomérats de noir de carbone, qui sont susceptibles d'accélérer la fissuration. Cependant, la matière première ainsi que le mode de fabrication



peuvent varier d'un manufacturier à l'autre et d'un lot à l'autre et il est classique d'entendre dire qu'une géomembrane semble mieux se souder qu'une autre, et que ce fait est surtout attribuable aux granulés utilisés pour l'extrusion.

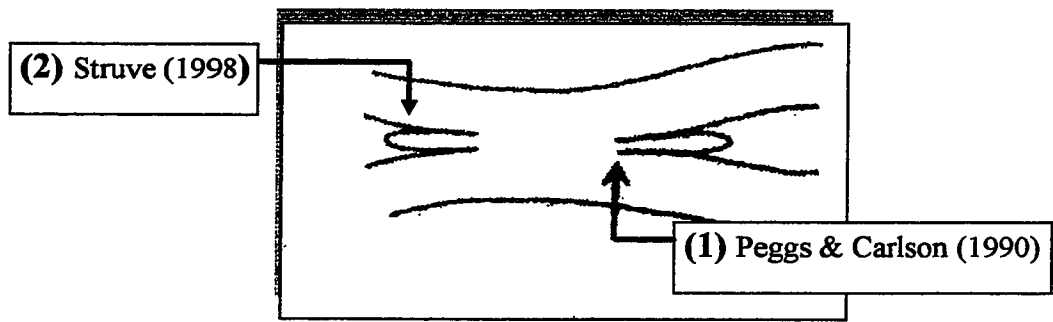
Des essais de "recuit" (145°C pendant deux heures, dans un bain d'huile de silicones) ont montré précédemment (Mlynarek et al., 1998) que les géomembranes avaient des retraits variables le long de leur largeur et que ces variations différaient d'une géomembrane à une autre. Cependant, l'incidence d'un tel comportement sur le soudage des feuilles n'a pas été déterminée.

Le stockage peut être lui aussi préjudiciable. Primo, les feuilles ne doivent pas être stockées trop longtemps avant d'être soudées, c'est pourquoi la date de fabrication doit figurer sur les rouleaux de géomembranes. Une certaine oxydation de la surface des feuilles peut se développer et ainsi diminuer la soudabilité et les propriétés mécaniques du produit. Secundo, le stockage tel qu'il est effectué sous forme de rouleau semble être dommageable pour les feuilles : celui-ci a lieu très rapidement après le passage dans les rouleaux de calandrage et le diamètre interne du rouleau de géomembrane peut être trop faible. La situation est différente de celle des tubes de polyéthylène où l'enroulement est effectué relativement plus longtemps après l'extrusion, et sur des bobines de larges diamètres. Aussi, le stockage pourrait entraîner une augmentation des contraintes permanentes dans la feuille, relaxées au moment du soudage, ce qui intensifierait le gradient de contraintes entre la soudure et le reste de la géomembrane.

Des conditions de soudage non appropriées peuvent être à l'origine des phénomènes de fissuration. Le paragraphe suivant décrit les études ayant trait aux conditions de soudage intrinsèques, c'est-à-dire la vitesse, la température, la pression et la température des feuilles. Une adhésion insuffisante, des vides à l'intérieur de la soudure dus à la présence de vapeur d'eau par exemple, sont des facteurs préjudiciables à une bonne durée de vie de la soudure, ce qui se traduit par une diminution d'étanchéité comme une fissure.

Un surchauffage de la géomembrane ou un refroidissement trop rapide semblent pouvoir générer une concentration de contraintes près de la soudure. Il semble aussi qu'un surchauffage ou une pression excessive puisse fragiliser les feuilles près des joints, en réduisant l'épaisseur de celles-ci.

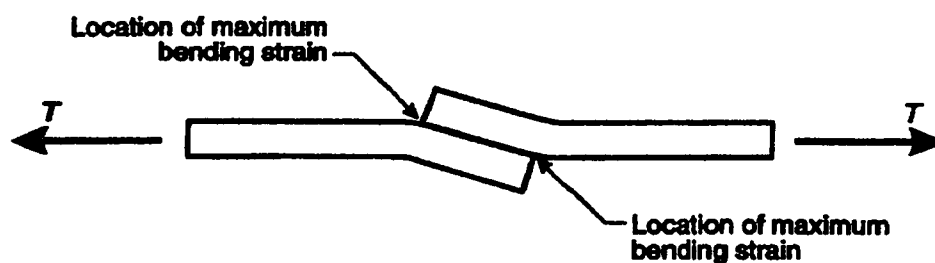
Peggs et Carlson (1990) ont mis en évidence que la zone où débute le bourrelet de matière (la perle de soudage) qui s'écoule vers l'extérieur du joint pendant le soudage (Cf. position 1, Figure 1.2) pouvait être à l'origine de fissures à travers la soudure. Halse et al. (1990) ont montré que les essais sous charge constante provoquent une fissure à cet endroit, qui se propage dans une direction orthogonale aux forces appliquées. Une publication du Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, BAM, (1994) sur la certification des géomembranes explique dans son chapitre "Clarifications" que les essais à long terme en cisaillement entraînent la rupture des échantillons soudés au niveau de la soudure, et que ce sont la géométrie et la dimension de ce bourrelet de soudage qui influencent considérablement la durabilité. Pour cette raison, le BAM a envisagé un critère d'évaluation de la géométrie de la soudure (BMFT, 1992). D'après Struve (1998), l'absence totale de cette perle permet d'obtenir des soudures bien plus résistantes à long terme. L'extrémité de la perle de soudage (*squeeze-out bead*) est le lieu où la fissuration sous contrainte se développe la plus rapidement (indiqué par la flèche 2 sur la Figure 1.2). En ce point, lorsque la perle de soudage touche la géomembrane adjacente, la rupture apparaît beaucoup plus rapidement qu'à la position 1 au cours des essais de fluage.



*Figure 1.2. Lieu des fissures au niveau de la soudure (Peggs et Carlson, 1990)*

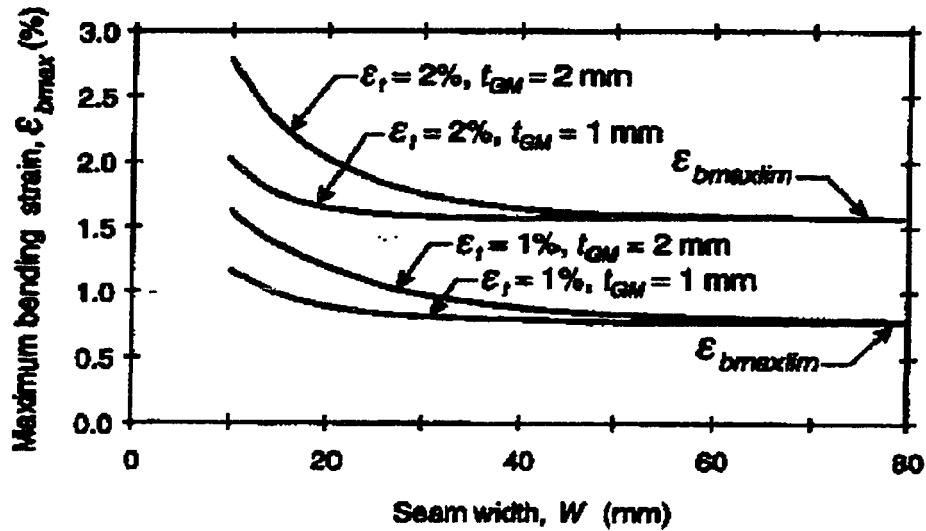
Pour expliquer la localisation des fissures dans cette zone, Giroud et al. (1995) ont développé une méthodologie originale, basée sur la déformation en flexion des feuilles au niveau de la soudure. Celle-ci pourrait jouer un rôle significatif dans l'apparition de fissure à proximité des soudures.

Lorsque les géomembranes sont en tension, la concentration maximale de déformation est située au voisinage des soudures. De plus, lorsque sont connectées deux feuilles par soudage, elles ne sont pas initialement dans le même plan. Cependant, l'équilibre des moments, établi par les forces appliquées, oblige les deux géomembranes à être dans le même plan. Aussi, le joint doit tourner, ce qui entraîne la flexion locale des géomembranes de part et d'autre du joint. La Figure 1.3 en donne une illustration.



*Figure 1.3. Flexion des géomembranes au niveau de la soudure  
(Giroud et al., 1995)*

Les calculs effectués pour des soudures typiques ont montré que les déformations en flexion (*bending strains*) étaient entre 0.75 et 1.5 fois plus élevées que les déformations en tension, et qu'il y avait une 'concentration de déformation' près du joint qui était typiquement de 1.75 à 2.5 fois le niveau moyen de déformation du reste des feuilles, ce qui pouvait être néfaste pour les feuilles de polyéthylène, connues pour leur faible déformation élastique et leur susceptibilité à la rupture. Des équations donnant les valeurs d'angles et de déformations en flexion à ne pas dépasser ont été déterminées en fonction des types et dimensions des soudures. Par exemple, pour les soudures par fusion d'une géomembrane d'épaisseur 1 mm, avec une largeur et une épaisseur de soudure de respectivement 38 mm et 2 mm, l'angle de flexion maximal est de  $3.8^\circ$ , la déformation maximale de flexion ( $\epsilon_{bmax}$ ) de 1.69 %, pour une déformation de tension de 2.15 % et un maximum de déformation de la géomembrane de 3.84 %.



$\epsilon_t$  : déformation en tension de la géomembranes ;  $t_{GM}$  : épaisseur de la géomembrane

Figure 1.4. Déformation maximale en flexion  
(Giroud et al., 1995)

Finalement, les auteurs recommandent :

- Les soudures par fusion au détriment des soudures par extrusion (opinion généralement adoptée par tous) ;
- Des largeurs de soudure les plus larges possibles, et d'un minimum de 40 mm pour les soudures par fusion (dans cette largeur, est inclus le canal d'air pour les soudures doubles).

Il est possible que ce type d'effets ait des conséquences sur la résistance des joints. Cependant, ce ne doit pas être une cause principale de rupture dans le cas des soudures par fusion.

D'une manière générale, les machines de soudage par fusion peuvent être aussi à l'origine des problèmes. D'une part, il a été remarqué que certaines traçaient parfois des rayures le long des soudures. Peggs et Rose ont montré, en 1985, que des rayures perpendiculaires à la ligne de soudure avaient peu d'effet à long terme sur le développement de fissure, à l'inverse des rayures parallèles à la soudure. D'autre part, certaines machines peuvent être mal calibrées ou mal conçues, ce qui va influencer directement la géométrie et la qualité de la soudure. De toute façon, pour une géomembrane donnée, la qualité de la soudure est liée directement à la machine de soudage, via son design et les conditions de soudage.

## CHAPITRE 2. LE SOUDAGE

### 2.1. Introduction

Le soudage des géomembranes est une étape inévitable dans la conception d'une étanchéisation. D'une part, une seule feuille ne suffit pas pour recouvrir le site ; d'autre part, aucune alternative satisfaisante n'a vu le jour pour lier les feuilles entre elles à grande échelle.

Il existe plusieurs techniques pour le soudage des géomembranes PEHD, par lesquelles sont obtenues des soudures de géométrie très variable, permettant souvent d'identifier le type de technique utilisé. Ainsi, les procédés les plus courants sont les méthodes sans matériau d'apport 'par fusion', à l'air chaud ou par élément chauffant ( *hot-gas welding* et *hot-wedge welding*) et les méthodes avec matériau d'apport, appelées 'soudage par extrusion' (*overlap extrusion welding* et *fillet extrusion welding*). D'autres méthodes sont disponibles, comme le soudage par réaction chimique (une réaction est provoquée entre les surfaces à souder) et le soudage par ultrasons.

La technique permettant actuellement l'assemblage le plus efficace des géomembranes est le soudage par la fusion des surface des feuilles. C'est une technique avec apport direct de chaleur. Le polyéthylène semi-cristallin chauffé localement à une température supérieure à sa température de fusion passe à l'état visqueux. Lorsque deux pièces ainsi chauffées sont serrées l'une contre l'autre, la diffusion des chaînes moléculaires de l'une vers l'autre et l'enchevêtrement des molécules qui en résulte entraînent le soudage. Ce soudage a pour particularité de faire fondre une partie des feuilles assez rapidement, de sorte que la température de soudage est élevée, souvent de l'ordre de 400°C.

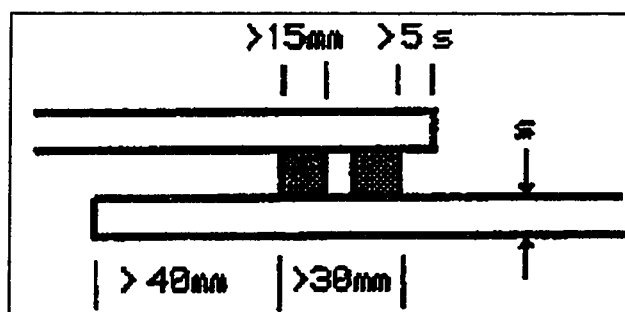
La technique de soudage par élément chauffant, donnant une soudure double séparée par un canal, a été utilisée. Celle-ci est souvent reconnue comme étant la plus adéquate pour le soudage par fusion des géomembranes polyéthylènes car le rôle de l'opérateur y est le moins sensible et cette méthode fournit de bonnes soudures pour un grand nombre de conditions de sites. De plus, la double soudure permet de tester la ligne de soudure de manière non-destructive beaucoup plus facilement, même si les récentes méthodes ultrasoniques semblent réduire l'intérêt du canal entre les deux soudures. Pour finir, il semble que la méthode de soudage par extrusion donne plus souvent lieu à des ruptures et que son contrôle est moins aisé du fait du matériau d'apport qui est différent de celui de la géomembrane, et qui augmente le nombre de paramètres à contrôler. Parmi les études utilisant la méthode de soudage par fusion, notons les travaux effectués par Maranda (1995), Struve (1993), Lefebvre (1991), et Rollin et al. (1989). Un exemple des soudures ainsi obtenues est présenté à la Figure 2.1.



*Figure 2.1. Section droite d'une soudure de géomembranes  
(Double soudure avec son canal d'air central)*



Le processus de soudage par élément chauffant consiste à faire passer entre les feuilles une pièce de métal chauffée électriquement à une température généralement de l'ordre de 375 à 400°C, qui transmet sa chaleur par conduction et par rayonnement. La vitesse à laquelle passe l'élément chauffant est la "vitesse de soudage",  $V_s$ , dont l'ordre de grandeur est de 1 à 2 mètres par minute. Ce procédé de soudage continu doit avoir pour effet de fondre 20 à 30 % de l'épaisseur des feuilles. Il faut noter que l'on appelle communément "température de soudage",  $T_s$ , la température mesurée par les thermocouples de l'élément chauffant et non la température à laquelle les feuilles sont fondues. Après le passage de l'élément chauffant, qui touche la surface des géomembranes pour l'appareil décrit à la section 2.3, les feuilles sont mises en contact et soumises à une force, appelée "force de soudage",  $P_s$ , qui favorise l'interpénétration du polymère fondu. Le schéma de la Figure 2.2 indique les dimensions usuelles d'une soudure double. Cependant, celles-ci dépendent directement du design de l'élément chauffant, qui est variable suivant les machines.



*Figure 2.2. Dimensions schématiques d'une soudure double  
(Rollin et Fayoux, 1991)*

## 2.2. Recherche bibliographique

Tout d'abord, la description des essais classiques du contrôle des soudures s'impose. En effet, les études se rapportant aux conditions de soudage des géomembranes que nous présentons reposent principalement sur ces essais. Ensuite, d'autres études sur le soudage des tubes de polyéthylène sont prises en considération, pour donner un aperçu des problèmes analogues de soudage.

### 2.2.1. Les essais pour contrôler la qualité des soudures

Pour contrôler les conditions de soudage, la qualité des soudures est mesurée jusqu'à présent par les essais de pelage, de cisaillement, le critère FTB pour le pelage ("*Film Tearing Bond*"), auquel on a parfois ajouté des essais d'impact. Récemment, d'autres essais, comme les essais à long terme de fissuration lente (*Stress-Cracking*, selon les méthodes ASTM D5397 et D1693, ou la méthode allemande BAM), sont appliqués sur les soudures. Cependant, dans les dernières publications de conférence, notamment celles de la Sixth International Conference on Geosynthetics (Atlanta, mars 1998), les résultats obtenus avec ces types de test ne sont pas reliés aux conditions de soudage.

Les documents de référence pour ces essais courants sont :

- le Standard NSF 54 ("*National Sanitation Foundation*") intitulé "*Flexible Membrane Liners*". Bien qu'il ne soit plus valable depuis 1997, celui-ci indique les normes ASTM applicables pour chacun des essais (cisaillement : ASTM D3083, pelage : ASTM D413) et les critères d'acceptabilité ;
- la norme ASTM D4437, intitulée "*Standard Practice for Determining the Integrity of Field Seams Used in Joining Flexible Polymeric Sheet Geomembranes*", qui spécifie les procédures normalisées à respecter pour les essais de pelage et de cisaillement.

On trouve aussi une description des essais dans la publication de Rollin et al. *"Non-destructive and destructive seam testing"* (1991).

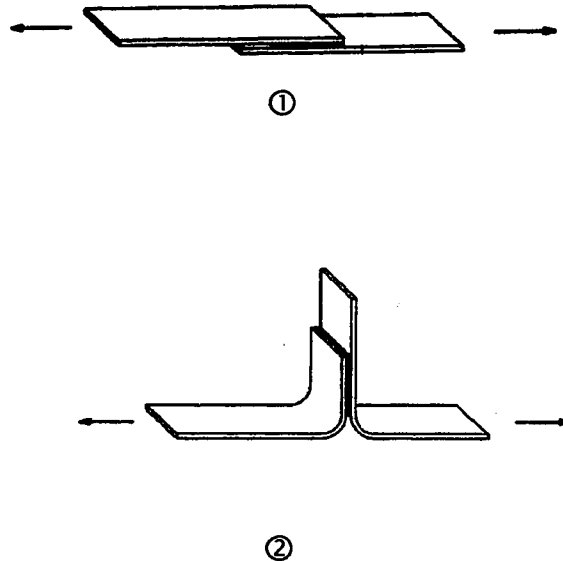


Figure 2.3. Schémas des échantillons utilisés pour les essais de cisaillement ① (shear) et de pelage ② (peel)

On estime que ces essais ne permettent pas de déterminer la qualité des soudures à long terme. Mais il semble que même à court terme, ces essais se révèlent insuffisants : des analyses microscopiques ont révélé des défauts dans la soudure, qui n'avaient pu être détectés auparavant par les essais traditionnels (Rollin et al., 1989). D'autres observations, par microscopie optique ou à balayage (SEM), ont été aussi réalisées par Struve (1993), Peggs et Carlson (1990), Halse et al. (1990), Charron (1989).

Les essais de stress-cracking sont de plus en plus proposés pour l'étude de la qualité des soudures : ils devraient permettre de différencier les conditions de soudage.

Bien que longtemps donné comme très précis pour évaluer la qualité des soudures, l'essai de pelage prend donc une place de plus en plus relative dans le contrôle des soudures de géomembrane. Cependant, il n'existe aucun essai mécanique rapide pouvant le remplacer, de sorte que celui-ci continue d'être pratiqué de manière identique.

À présent, il existe deux courants de pensée sur l'essai de pelage :

- L'essai de pelage dans sa définition actuelle doit fournir plus d'informations que celles qui sont relevées jusqu'à présent. D'après Peggs (1997), la réévaluation de l'essai de pelage est particulièrement nécessaire et devrait permettre une évaluation convenable de la qualité des soudures.

- A l'opposé, se trouvent les " sceptiques " pour lesquels l'essai de pelage est dépassé, et enfin, ceux qui sont défavorables aux essais destructifs (Cadwallader et Jett, 1997 ; Cadwallader, 1998). Pour ces derniers, ces essais sont la cause de nombreux problèmes, du fait qu'une portion de soudure peut-être de bonne qualité est découpée pour les essais, remplacée ensuite par un morceau de géomembrane qui est soudé par extrusion. Ainsi, cette nouvelle soudure n'est pas contrôlée, et qui plus est, la technique utilisée est souvent qualifiée de moins performante vis-à-vis du soudage par fusion. Cependant, une soudure par extrusion, produite sur une soudure par fusion imparfaite révélée par l'essai de pelage, est certainement bénéfique pour le système d'étanchéisation. Cadwallader (1998) pose la question suivante : avec les améliorations des machines, qui fournissent maintenant un soudage de plus en plus efficace et de qualité constante (les conditions restent inchangées le long d'une soudure), pourquoi continuer la même quantité d'essais destructifs qu'auparavant ? Ces derniers mois, cette conception du contrôle des soudures semble

devenir une opinion générale, bien qu'aucune solution n'ait été trouvée pour remplacer ces essais destructifs.

- Une troisième voie peut être proposée, consistant en l'élaboration d'un essai de pelage dont les résultats seraient plus significatifs.

En 1997, Peggs a montré la nécessité d'accéder à la 'ductilité' des spécimens de cisaillement. Si le spécimen se fissure en dehors de la soudure (suivant le FTB, " fissuration dans la géomembrane et non à l'intérieur de la soudure ") d'une manière fragile, cela signifie que la durabilité de la géomembrane adjacente a été compromise pendant le soudage. Pour Peggs, cette fragilité est fréquemment causée par le surchauffage, qui augmente la susceptibilité de la géomembrane adjacente à se fissurer par stress-cracking, ce surchauffage favorisant la consommation des antioxydants protecteurs et augmentant oxydation et cristallinité du polymère. Ainsi, la géomembrane adjacente doit apparaître 'ductile' au cours de l'essai du cisaillement. Pour Peggs, le mot 'ductile' correspond à l'allongement (*elongation*) plus ou moins important créé avant rupture par l'action de la machine de traction.

Rollin et al. (1989) ont conclu que le critère de cisaillement est presque toujours respecté. Effectivement, aucune géomembrane n'est capable de supporter la tension requise pour cisailer le joint bien soudé, de telle sorte que la fissure apparaît dans la géomembrane adjacente.

Selon Peggs, l'allongement de la géomembrane adjacente pendant l'essai de cisaillement est un paramètre efficace pour évaluer la qualité du joint : un allongement excédant 100% (valeur aléatoire proposée par Peggs, (1998)) entre le bord de la soudure et le mors de la machine de traction entre lesquels la rupture apparaît, doit signifier que la soudure est de bonne qualité.

De la même manière, la force de la géomembrane est insuffisante pour mesurer la force au pelage de la soudure. Pour que cela soit possible, il faudrait que le pelage agisse seulement

sur la soudure, essai qui a été réalisé par Gueugnaut (1989) sur des microéprouvettes moulées de polyéthylène. Peggs propose le même critère d'allongement pour le pelage. D'après lui, un spécimen ayant un allongement adéquat dans l'essai de pelage n'aura certainement pas de défauts majeurs surfaciques et internes, ni d'anomalies microstructurales. Il est connu que la flexion imposée par l'essai de pelage produit un état de contrainte plus élevé que l'essai de cisaillement, de telle sorte qu'il semble que l'essai de pelage est plus efficace que l'essai de cisaillement. Peggs estime que les deux paramètres qui renseignent le mieux sur le degré de liaison et sur la probable 'ductilité' du joint, sont la séparation au pelage et l'allongement de la géomembrane adjacente. Ces deux paramètres peuvent être évalués par le test de pelage. Ainsi, pour vérifier la proposition de Peggs, l'essai de pelage a été préféré à l'essai de cisaillement dans la suite de notre étude.

De manière analogue aux ruptures observées sur site, la rupture au cours de l'essai de pelage est généralement localisée en bordure de la soudure. On peut supposer que l'essai de pelage peut vraisemblablement fournir une information précise sur le caractère 'fragile' ou 'ductile' induit par la soudure sur la géomembrane adjacente. Le contrôle de la véritable force de pelage (non mesurable par le test de pelage) ne semble pas important puisque la force supportable par la géomembrane adjacente est toujours plus faible que la force même de la soudure. On peut penser que la force mesurée par l'essai de pelage doit fournir des informations en relation avec les conditions de soudage. En effet, la structure du joint (i.e. due aux conditions de soudage) doit influencer la structure de la zone de liaison entre la soudure et la géomembrane adjacente, et ainsi modifier le comportement de la géomembrane adjacente (les effets du soudage sur la géomembrane adjacente).

### 2.2.2. L'optimisation des conditions de soudage des géomembranes

Les publications de Rollin et al. (1989) et de Struve (1993) présentent les domaines de bons et de mauvais soudage. Struve a utilisé une machine à élément chauffant, dont la description est donnée à la section 2.3, sur une géomembrane de 1.5mm d'épaisseur, tandis que les résultats de Rollin et al., issus d'études effectuées par Peggs, Little, Rose ou Rollin, portent sur le soudage par extrusion (*overlap extrusion welding*) et le soudage par ultrasons (*ultrasonic welding*).

Les différents facteurs qui modifient les résultats des essais classiques pour qualifier les soudures sont repris ci-dessous.

- *Présence de saleté et d'humidité*

Pour le soudage par ultrasons, l'effet de contaminants et de l'eau a été étudié. La Figure 2.4 représente l'influence de l'humidité sur la force de pelage, en fonction de la vitesse de soudage.

Comme la présence d'eau diminue la force de pelage, le préchauffage des feuilles peut avoir pour intérêt l'élimination de l'humidité.

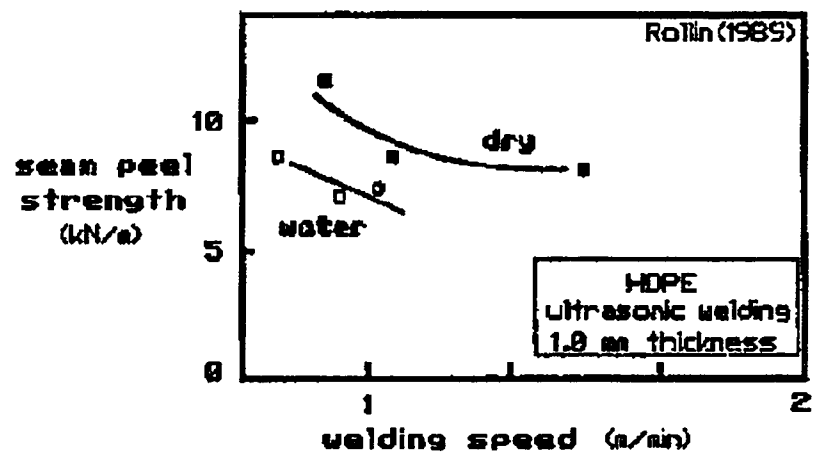


Figure 2.4. Influence de l'humidité sur les résultats du test de pelage (Rollin, 1989)



- *Influence de la température de la feuille sur la qualité des soudures*

À cause de la variation de la température ambiante ou de l'exposition au soleil, la température des géomembranes fluctue constamment pendant leur installation, souvent avec une température supérieure de 20°C à la température ambiante.

Des résultats expérimentaux de l'essai de pelage sont illustrés par la Figure 2.5.

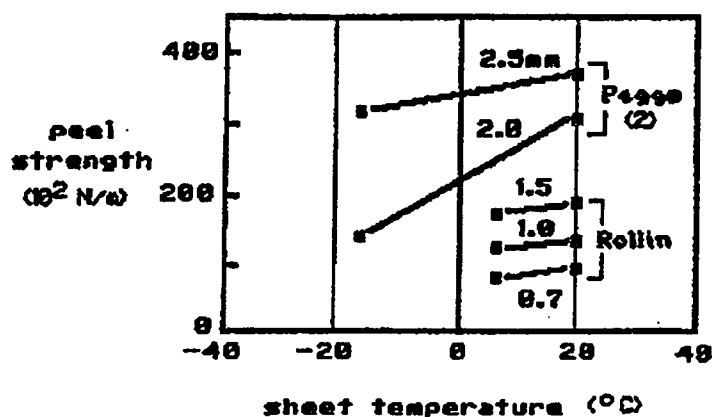


Figure 2.5. Influence de la température des feuilles sur la force au pelage  
(Rollin et al., 1989)

Struve a aussi observé l'effet d'une variation de la température des feuilles. La machine de soudage était réglée à 2.9 m/min., 420°C, et avec une force pour la pression des rouleaux de 357 N. Les soudures ont été effectuées sur des feuilles dont la température étaient de 3, 20, 33 et 50°C. Toutes les soudures étaient bien au-dessus du critère FTB de pelage. Des échantillons de ces soudures ont subi le test d'impact (essai de la norme ASTM D1709 modifiée). Comme les résultats ne faisaient pas ressortir de tendances, des coupes

microtomiques des soudures ont été examinées sous lumière polarisée transverse. Cette méthode d'analyse n'a pas mis en évidence de différences significatives entre les joints.

Cette série d'expérimentation a eu lieu pour déterminer les gammes de température et de vitesse d'une machine de soudage, et a montré qu'il n'était pas utile de faire varier ces paramètres lorsque la température de la feuille changeait.

- *Préchauffage des feuilles*

Rollin et al. (1989) expliquent que le préchauffage constitue certainement une procédure bénéfique, étant donné que l'on élève la température des feuilles afin de minimiser le gradient thermique brutal au moment du soudage. La Figure 2.6 montre que pour le soudage par extrusion, les forces de pelage acceptables se situent pour des températures de préchauffage comprises entre 80 et 120°C. Les auteurs affirment qu'en dehors de cet intervalle, les soudures produites sont plus fragiles.

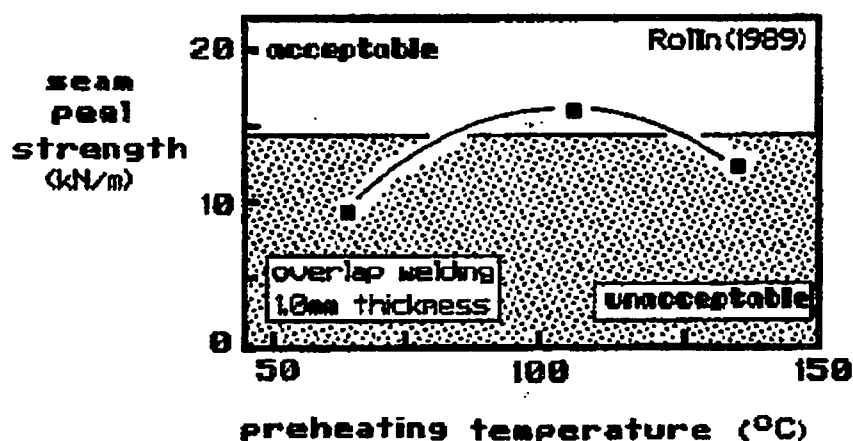


Figure 2.6. Influence de la température de préchauffage sur la force du pelage

- *Vitesse de soudage*

Il a été déterminé que 2.5 m/min. était la vitesse maximale acceptable pour le procédé de soudage par extrusion, en contrôlant celui-ci en usine dans des conditions idéales. La Figure 2.7 indique les résultats du test de pelage en fonction de la vitesse, pour le soudage par extrusion (*overlap*). La pression et la température du soudage ne sont pas précisées. La Figure 2.8 récapitule les valeurs acceptables, selon Rollin et al. (1989), de la vitesse en fonction de l'épaisseur des feuilles, pour le soudage par ultrasons.

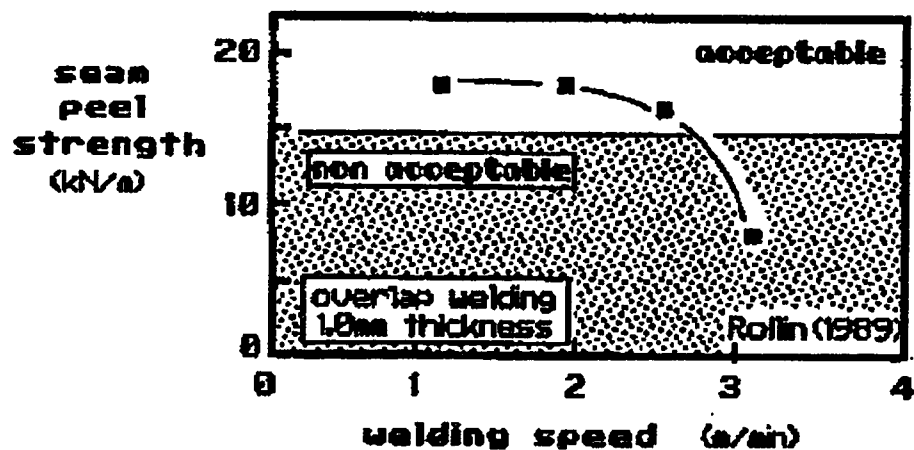


Figure 2.7. Influence de la vitesse de soudage sur la force du pelage

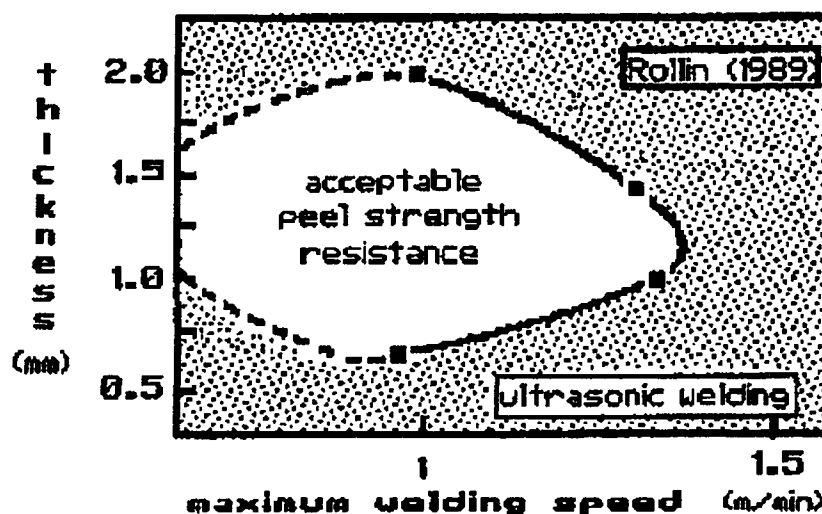


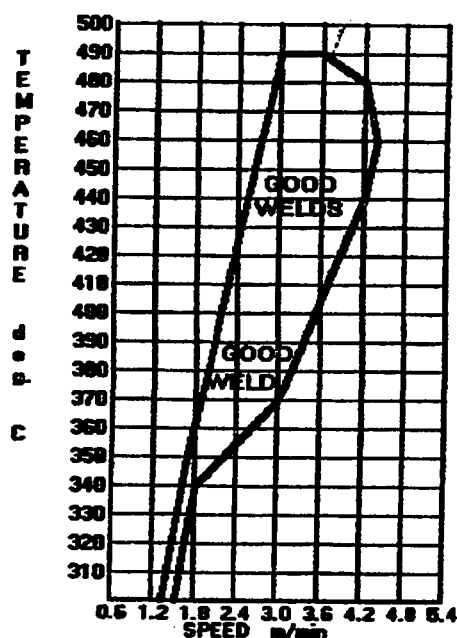
Figure 2.8. Influence de l'épaisseur des feuilles sur la vitesse de soudage

En 1993, Struve a étudié plus précisément la performance de la machine en conservant une force des rouleaux de pression constante et a exécuté des essais sur les soudures en faisant varier la température de l'élément chauffant et la vitesse. La géomembrane utilisée était de 1.5 mm d'épaisseur, extrudée à partir d'une résine Phillips TR400.

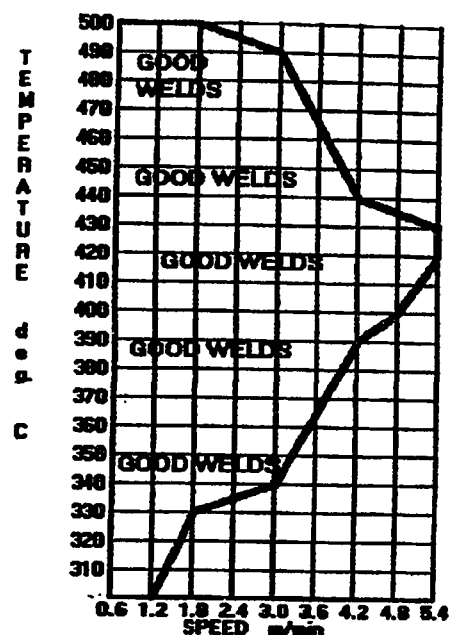
Ce travail a été effectué dans des conditions de laboratoire, pour 4 valeurs de force. Les résultats sont représentés sous forme de fenêtres de soudage à deux dimensions, qui délimitent les domaines de 'bon' ou de 'mauvais' soudage. Sur la Figure 2.9, chaque noeud du quadrillage représente une condition de soudage, dont la soudure résultante a été testée mécaniquement. Les courbes de ces fenêtres de soudage ont été ensuite dessinées ensemble sur trois axes pour constituer ce que Struve nomme "la bulle de soudage".

Tous les spécimens testés et acceptés sur les limites de la bulle ou à l'intérieur de celle-ci (i.e. bonnes soudures) se caractérisent par:

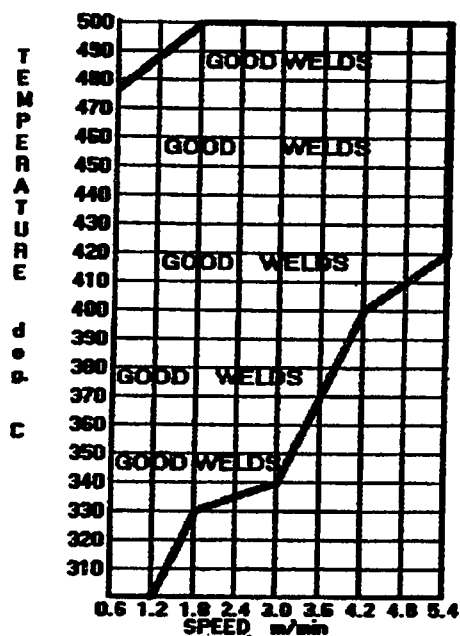
- aucune incursion à travers la soudure pendant le test de pelage ;
- des valeurs de force (à la fissuration 'FTB', *Film Tearing Bond*, critère d'acceptabilité pour l'essai de pelage) bien supérieures à 70 % de la limite d'élasticité, entre 20.2 N/mm (2 spécimens) et 22.6 N/mm (2 spécimens) avec un écart-type de 1.4. (Les valeurs de la limite d'élasticité des feuilles sont dans l'intervalle de 27.4 N/mm à 30 N/mm).



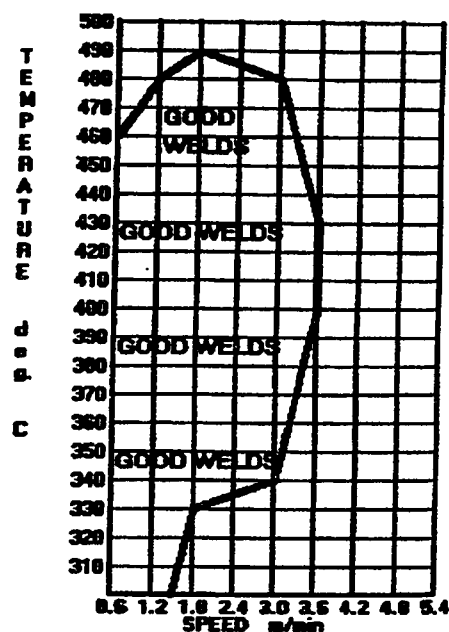
a.) NIP FORCE 220 N.



b.) NIP FORCE 310 N.



c.) NIP FORCE 445 N.



d.) NIP FORCE 500 N.

Figure 2.9. Fenêtres de soudage pour 4 valeurs de force des rouleaux de pression (géomembrane HDPE 1.5 mm), Struve, 1993

- *Température de soudage*

Pour la machine de soudage utilisée, les fenêtres de soudage de la Figure 2.9 montrent que les domaines de 'bon' soudage sont fortement réduits aux températures de l'ordre de 300 à 330°C, quelque soit la force appliquée. Pour de basses températures de soudage, les vitesses de soudage doivent être très faibles.

Dans le cas du soudage par extrusion, la température de la filière de l'extrudat doit se situer entre 250 et 300°C.

- *Pression de soudage*

L'étude de Struve montre l'importance de la force des rouleaux d'homogénéisation pour obtenir des résultats acceptables au test de pelage. Parmi les 4 valeurs qui s'échelonnent de 220 à 580 N, la force de 445 N offre le domaine de soudage le plus large. Par ailleurs, cette étude met en évidence que de nombreuses conditions de soudage permettent de produire des soudures qui satisfont l'essai de pelage.

Les résultats présentés par Rollin et al. (Cf. Figure 2.10) concernent une géomembrane de 1mm d'épaisseur, pour une méthode de soudage par extrusion effectuée en usine. On constate des résultats semblables, avec une pression d'environ 400 kN/m<sup>2</sup> pour obtenir les plus hautes valeurs de force au test de pelage. Cependant, Rollin et al. ajoutent que, outre la valeur de la pression, la vitesse de refroidissement et la durée d'application de la pression sont des paramètres importants.

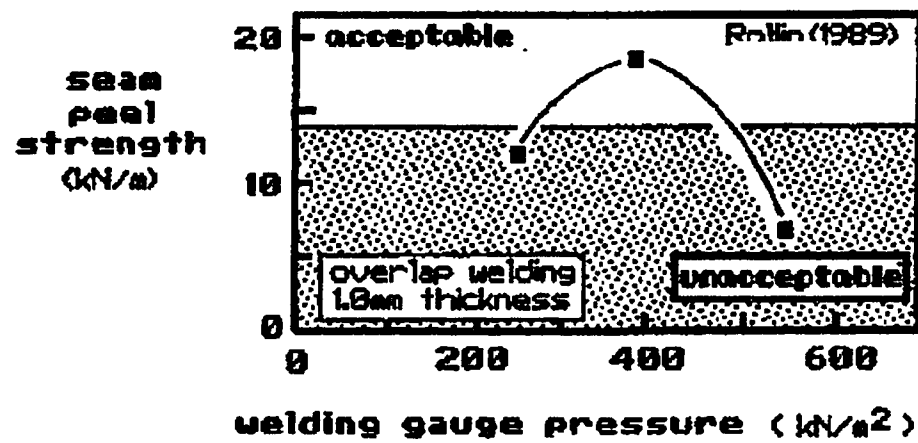


Figure 2.10. Influence de la pression de soudage sur la force de pelage, soudage par extrusion (géomembrane HDPE 40 mils)



### 2.2.3. Le soudage des tubes de polyéthylène

L'ouvrage "*The Science and Practice of Welding*" de Davies (1993) nous donne un ordre de grandeur de la température appropriée pour le soudage du polyéthylène en général : 300°C, c'est-à-dire la température que doit atteindre le polymère pour que le soudage soit effectif. De toute évidence, le soudage ne sera réussi que si les conditions de temps (permettre au polymère d'accéder à la température de soudage) et de force (pour aider l'interpénétration des chaînes macromoléculaires des deux parties à souder) sont adéquates.

Dans la pratique, des études ont été entreprises pour le soudage de produits en polyéthylène semblables à celui des géomembranes et chargé de la même manière de noir de carbone. Principalement, ces recherches concernent les conditions du soudage des tubes, utilisés notamment pour les circuits d'eau ou de gaz. C'est un domaine qui a une certaine avance dans la résolution des problèmes de soudage puisque dès les années 1970, les défaillances propres au soudage étaient mises en évidence.

Bien que ces méthodes ne soient pas similaires à celles du soudage des géomembranes et que les tubes soient souvent à paroi épaisse, il est intéressant d'observer les démarches effectuées dans ce domaine, qui ont permis de résoudre de nombreuses difficultés du soudage des tubes en polyéthylène.

### 2.2.2.1. Le soudage bout à bout des tubes

La technique du soudage “au miroir” consiste à préchauffer par contact direct jusqu’au ramollissement les deux surfaces à souder, et à les serrer immédiatement après le recul de l’outil chauffant (“le miroir”).

L’étude de Atkinson et DeCourcy (1981) donne un aperçu des caractéristiques du soudage bout à bout, et des problèmes concernant les conditions de soudage.

Il existe deux situations extrêmes qui conduisent à un mauvais soudage :

- l’adhésion incomplète, résultant d’un chauffage insuffisant, parce que la température de soudage est trop faible ou le temps de soudage est trop court, ou bien encore la pression appliquée ensuite est trop faible.
- à l’opposé, on obtient une dégradation thermique, résultant d’un chauffage excessif.

Comme autre facteur, il y a la formation de vide, qui résultent de contractions au refroidissement et que l’on empêche si la pression de soudage est assez élevée. Mais, sur des étroites et fines soudures, une pression trop importante peut produire un écoulement excessif de la matière, dont la conséquence est de fragiliser la soudure.

Les auteurs posent deux questions préliminaires : comment peut-on savoir si la soudure est bonne et comment déterminer les conditions optimales de soudage ?

Les paramètres de soudage sont :

- $T_w$ , la température à la surface de l’élément chauffant, communément appelée la température de soudage ;
- $t_p$ , le temps durant lequel les extrémités des tuyaux sont poussés contre l’élément chauffant, en appliquant une pression ;
- $t_q$ , le temps pendant lequel les bouts des tubes sont en contact avec l’élément chauffant, sans qu’il soit nécessaire d’appliquer une pression ;

- $P_w$ , la pression utilisée pour pousser, après chauffage, les extrémités en fusion l'une vers l'autre, appelée communément pression de soudage ;
- $t_w$ , la durée d'application de cette pression de soudage.

Pour le soudage des géomembranes, on retrouve  $T_w$ ,  $t_q$ ,  $P_w$  et  $t_w$  tandis que  $t_p$  est inexistant, et  $t_q$  et  $t_w$  dépendent de la vitesse de soudage.

Des tests de rupture sous contrainte sont réalisés à différentes températures élevées pour évaluer le type de contrainte qui causera à long terme la rupture des tubes. De même, sont effectués des essais de traction, avec le facteur de soudage  $f$  qui correspond au rapport de la contrainte au seuil d'écoulement (*yield strength*) du matériau soudé sur le même matériau non-soudé. Cependant, les auteurs doutent de la validité des tests accélérés de rupture sous contrainte, étant donné qu'à 80°C, ils estiment que la densité varie et que certaines propriétés des tubes de polyéthylène sont altérées. Les méthodes de radiographie par des rayons X de faible énergie ou celles par ultrasons n'ont pas semblé adaptées pour mettre à jour les défauts dus au soudage.

Actuellement, ces deux dernières méthodes sont en cours de développement pour le contrôle des soudures. Avec la radiographie X, il est possible de détecter des corps étrangers, des défauts de liaison et des occlusions, cependant l'interprétation des observations ne semble pas encore être au point. Le contrôle par ultrasons, qui consiste à émettre des ultrasons par un élément piézo-électrique dans la pièce soudée puis à analyser l'onde récupérée, permet de détecter les changements d'épaisseur et de porosité, mais pas les manques de cohésion.

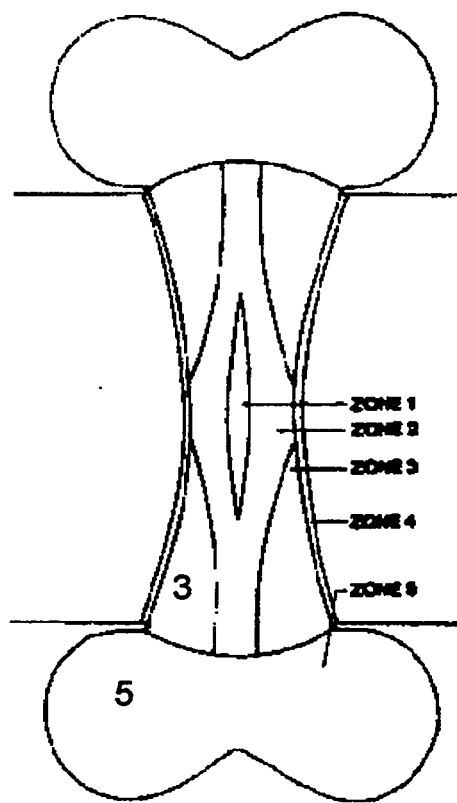
Finalement, Atkinson et DeCourcy ont préféré examiner la microstructure, qui peut fournir une indication sur la qualité du soudage mais aussi sur la présence d'une orientation moléculaire dans la zone thermiquement affectée. Dans le procédé de

soudage, la chaleur est appliquée pour fondre les surfaces devant être jointes, elles sont ensuite serrées l'une contre l'autre avant le refroidissement. Il est inévitable, par conséquent, que :

- Il y ait un grand gradient thermique dans la soudure ;
- Une certaine quantité d'écoulement de la matière se produise ;
- Les différentes parties de la soudure refroidissent à des vitesses variables.

Les auteurs ont conclu qu'il était improbable que la microstructure de la soudure soit la même que celle des tubes non-soudés.

Déjà, en 1972, Barber a observé, avec un microscope électronique à balayage (*SEM*), des sections droites de soudure attaquées à l'acide chromique, et il a proposé un modèle pour indiquer les sortes d'écoulements qui se produisent dans la soudure, conduisant à une microstructure constituée de zones différentes. Ce modèle est illustré par la Figure 2.11. Barber a expliqué que l'acide chromique attaquait différemment les zones de la soudure, suivant leurs structures cristallines.



*Figure 2.11. Les différentes régions d'une soudure de PEHD  
(Barber et Atkinson, 1972)*

Il a été supposé que l'attaque sévère de la zone 3 était une conséquence de la nature étirée et orientée de la structure cristalline dans cette zone. Barber a considéré que, à long terme, la présence de cette zone 3 peut être la source de fragilité dans la soudure lorsque le tube est sous pression.

DeCourcy (1976) a obtenu les mêmes constatations et a expliqué que l'orientation moléculaire était causée par les contraintes de cisaillement, résultant de l'écoulement du

matériau et était plus prononcée s'il s'agissait d'un matériau à faible indice de fluidité (*Melt Flow Index*). La présence d'une orientation moléculaire dans la soudure implique la présence de contraintes internes, résultant de la tendance du matériau à retourner à un état non orienté. DeCourcy a effectué des soudures, mais au lieu de maintenir la pression jusqu'à ce que les joints soient refroidis, il a relâché la pression rapidement et a observé la perle de soudage (zone 5 sur la Figure 2.11). Suivant les polyéthylènes, celle-ci semblait ne pas changer (pour un LDPE, par exemple) ou bien rétrécissait significativement dès que la pression était relâchée (pour un HDPE, par exemple). La matière était de toute évidence tirée vers l'intérieur de la soudure, à la suite de l'établissement des contraintes. Pour atténuer la fragilité des soudures en diminuant l'orientation moléculaire, DeCourcy a proposé d'effectuer un recuit (à 135°C, pendant 20 min., par exemple), mais cette solution n'est pas pratique, même pour le soudage des tubes.

DeCourcy a déterminé les conditions qui semblaient optimales pour le soudage de leurs tubes :  $T_w$  de l'ordre de 200 à 245°C,  $P_w$  d'environ 0.1 MPa pour des densités de 0.94 à 0.96 g/cm<sup>3</sup>. Cependant, les auteurs concluent qu'il n'y a pas de solution simple à ce problème.

Récemment, des études ont été menées afin de trouver les conditions les plus favorables pour le soudage des tubes de grand diamètre, auxquels on ne pouvait pas appliquer la méthode d'électrosoudage. Sandberg (1997) a utilisé des tubes de PEHD et de PEMD pour son étude, dont l'aboutissement a été la création d'une norme danoise. Il s'agissait d'identifier les paramètres optimum de soudure des tubes, tout particulièrement les tubes de grands diamètres, et de créer des procédures d'essais et d'exigences communes aux pays nordiques.

Le paramètre ayant présenté le plus d'importance s'est avéré être le temps de chauffage du tube contre les miroirs. Si le temps de chauffage suffisant est respecté, il semble que les possibles déviations des autres paramètres auront peu d'influence sur la qualité des soudures. Sandberg a constaté l'importance du temps de refroidissement, un temps trop court pouvant provoquer une soudure fragile, liée à la présence de contraintes internes. Le temps de refroidissement doit être encore augmenté dans le cas des tubes très épais. Comme conditions, l'auteur retient que la température des miroirs peut varier entre 200 et 230°C et que la qualité de la soudure n'est pas améliorée quand la température du miroir est augmentée, que les pressions doivent être de l'ordre de 0.15 à 0.22 MPa, et que les temps de chauffage et de refroidissement doivent être suffisamment longs pour produire une bonne soudure.

Sur chantier, l'auteur constate que le vent refroidit les miroirs et provoque des températures hétérogènes à leur surface. Il recommande de protéger les soudures du soleil, du vent et de la poussière : la contamination d'une soudure peut réduire considérablement sa durée de vie. Les soudures obtenues dans des conditions de chantier hivernales (températures extérieures jusqu'à -20°C) peuvent être tout à fait satisfaisantes.

#### 2.2.3.2. L'électrosoudage des tubes

Dans certains cas, de nombreux problèmes semblent avoir été résolus depuis qu'une méthode d'électrosoudage a supplanté (Gueugnaut, 1995).

L'électrosoudage consiste à amener en fusion, par l'intermédiaire d'une résistance électrique chauffante, le polyéthylène situé à proximité immédiate de cette résistance. En plaçant une résistance entre l'extérieur d'un tube et la surface intérieure d'un manchon, avec des paramètres de soudage déterminés en laboratoire une fois pour

toutes lors des études et des tests d'homologation du matériel, le soudage a lieu dans des conditions idéales qui peuvent être systématiquement reconduites d'une soudure à l'autre, quelque soit la personne qui effectue le soudage. Le soudage s'effectue après montage à froid et maintien des pièces à souder les unes par rapport aux autres par l'intermédiaire d'un positionneur.

Préalablement, il faut nettoyer et gratter soigneusement la surface des extrémités des tubes ou des pièces pour enlever la pellicule PE oxydée par l'air, puis nettoyer ces surfaces avec un solvant spécifique.

Bien sûr, une telle technique n'est pas transposable pour le soudage des géomembranes, mais il est intéressant de remarquer que, même si on utilise correctement les outillages, cette technique très reproductible n'est réellement efficace que si l'on procède à un bon grattage des surfaces à souder pour enlever la pellicule oxydée. Il faut aussi bien nettoyer les tubes à proximité de la zone de soudage et garder en place les positionneurs jusqu'à la fin du refroidissement, pour qu'il n'y ait pas mouvement du tube. Sinon, il semble que les contraintes libérées lors du soudage, les problèmes d'oxydation, le manque de propreté des pièces conduisent à une mauvaise qualité des assemblages. Pour les géomembranes, le nettoyage, qui reste assez sommaire, n'est pas toujours effectué et les parties à peine soudées subissent déjà le déplacement des feuilles et de la machine.

Pour mettre au point la technique de l'électrosoudage, des études ont porté sur la caractérisation des mécanismes de soudage par fusion du polyéthylène, et ont permis de cerner les phénomènes thermiques et physico-chimiques mis en jeu au niveau de l'interface entre deux pièces fines en polyéthylène. L'étude directe de ces phénomènes sur pièce massive étant difficile, compte tenu de l'existence de gradients thermiques non négligeables créés lors du soudage, Gueugnaut et al. (1989) ont proposé une



méthodologie reposant sur l'utilisation d'éprouvettes de faibles dimensions (épaisseur de 0.38 mm).

Ainsi, il a été possible de caractériser thermiquement et mécaniquement le plan de soudage de façon précise, l'assemblage étant réduit à cette interface. Des "soudages" dynamiques, constitués d'un chauffage et d'un refroidissement contrôlé, ont été réalisés dans un four tubulaire à rayonnement infrarouge, avec des montées en température comprise entre 5 et 400°C par minute.

Un critère de bon soudage a été établi, en effectuant un test de pelage adapté : il s'agit d'un pelage sous charge constante, où la vitesse de pelage est mesurée au cours du temps (par exemple, pendant 800 minutes, les vitesses de pelage dès 5  $\mu\text{m}$  / minute sont décelées). Ainsi, ont été définies les valeurs minimales de la température de sommet de cycle à atteindre pour chaque vitesse de chauffage, afin qu'il n'y ait plus décohésion de l'interface, et que la vitesse de pelage reste nulle au cours du temps. Ensuite, il devient aisé de représenter graphiquement les domaines de bon et de mauvais soudage en traçant la courbe de la température minimale de bon soudage en fonction de la vitesse de soudage (Cf. Figure 2.12).

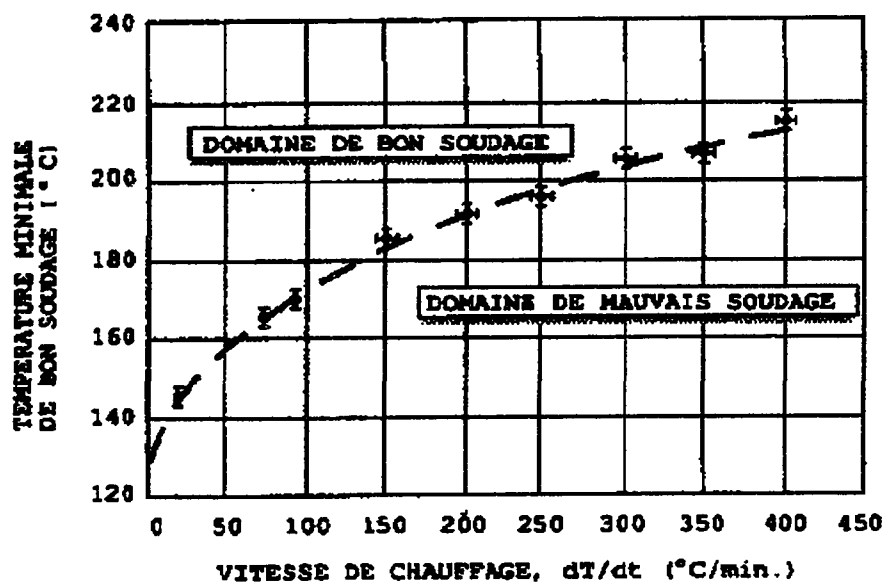


Figure 2.12. Comportement expérimental au soudage par fusion des microéchantillons en polyéthylène (Gueugnaut et al., 1989)

Les résultats ont été interprétés ensuite au moyen de théories reposant sur le concept d'adhésion par interdiffusion macromoléculaire, pour obtenir un modèle mathématique, selon une relation de la forme :

$$K = f(dT/dt ; T ; E)$$

Avec K, facteur représentant l'aptitude au soudage par fusion de chaque résine étudiée par rapport au test de pelage ; E, énergie d'activation de diffusion.

Finalement, le modèle a permis de simuler le comportement au soudage par fusion de plusieurs résines sur elles-mêmes ou sur d'autres résines et de prévoir, pour une cinétique de soudage déterminée, la température minimale de bon soudage (Cf. Figure 2.13).

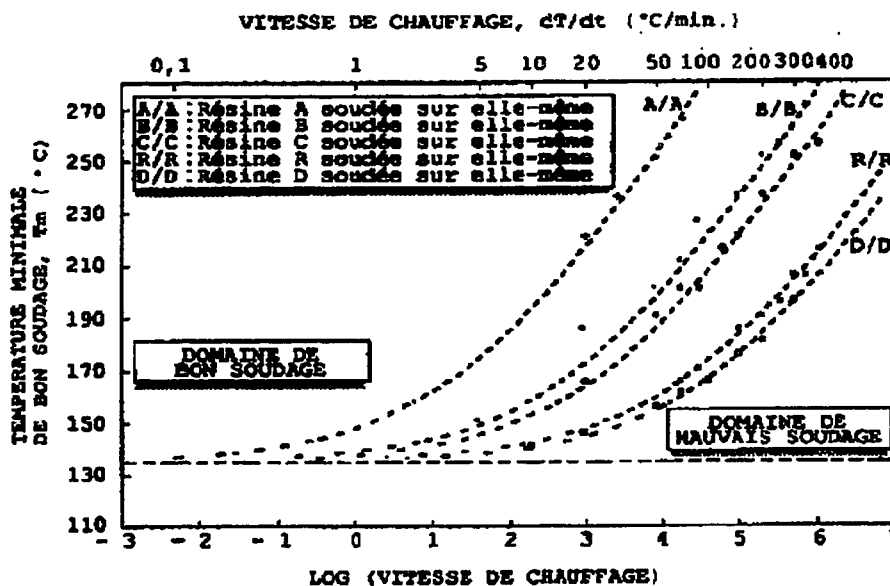


Figure 2.13. Simulations numériques du comportement au soudage par fusion des microéprouvettes en PE (Gueugnaut, 1989)

La Figure 2.13 montre que les conditions de soudage dépendent fortement de la résine elle-même : dans le cas des géomembranes, on pourrait rechercher l'influence des résines sur les conditions de soudage.

Deux limites en température sont à prendre en compte : le soudage ne peut avoir lieu qu'entre une température supérieure à la température de fusion (ligne pointillée sur la

Figure 2.13, aux alentours de 135°C) et une température inférieure à la température qui dégraderait le matériau.

La suite de l'étude montre que le soudage de deux résines de polyéthylène différentes est rendu possible avec des conditions qui ne sont pas les mêmes que celles du soudage des résines sur elles-mêmes. Dans le cas des géomembranes, il semble important de souder uniquement des feuilles issues du même lot, c'est-à-dire fabriquées à partir de la même résine ou du même lot de résine.

#### 2.2.3.3. La soudabilité et l'oxydation de la pièce en polyéthylène

Quelque soit la profondeur de la pièce qui participe au soudage, la couche superficielle de la pièce a toujours une incidence sur le soudage. A la surface des matériaux plastiques, une peau d'oxydation se développe du fait que les polymères sont relativement imperméables aux réactifs (oxydation contrôlée par la diffusion de l'oxygène) ou opaques aux rayonnements UV. Cette couche d'oxydation confère à la pièce un caractère hétérogène.

Jusqu'à présent, le rôle de cette zone superficielle n'a semble-t-il pas été mis en cause pour le soudage ou la fissuration des géomembranes : on ne connaît pas précisément la composition et l'épaisseur de cette dernière, et finalement la présence d'oxydation n'a peut-être aucune influence sur le comportement des géomembranes. Néanmoins, il est intéressant de noter quelques observations à ce sujet.

Gueugnaut et al. (1993) ont montré que le soudage pour deux résines de MDPE, utilisées pour la fabrication de tubes, donnait des résultats significativement différents, bien que les pièces aient été préalablement vieilles dans des conditions semblables. L'oxydation des pièces a été suivie par spectroscopie FTIR avec la technique ATR (*Attenuated Total Reflectance*) et par l'ESCA (*Electron Spectroscopy for Chemical*

*Analysis*, appelée aussi XPS), cette dernière méthode étant usuellement utilisée pour évaluer le niveau d'oxydation de la surface, typiquement jusqu'à  $0.1\mu\text{m}$ .

Une modélisation des mécanismes observés, basée sur méthodologie mettant en relation la perte de soudabilité et le taux d'oxydation, a permis de trouver un critère intrinsèque ne dépendant plus des conditions du vieillissement.

Sans entrer dans les détails de la modélisation, les expériences ont montré, par exemple, que la "soudabilité" des tubes, constitués d'une résine particulière et exposés sur un site naturel, passait de '1' à '0.2' dans l'espace de 8 mois, et était d'environ '0.1' après 38 mois (voir la Figure 2.14). Il a été mis en évidence que la température de bon soudage devait être augmentée pour des échantillons vieillis.

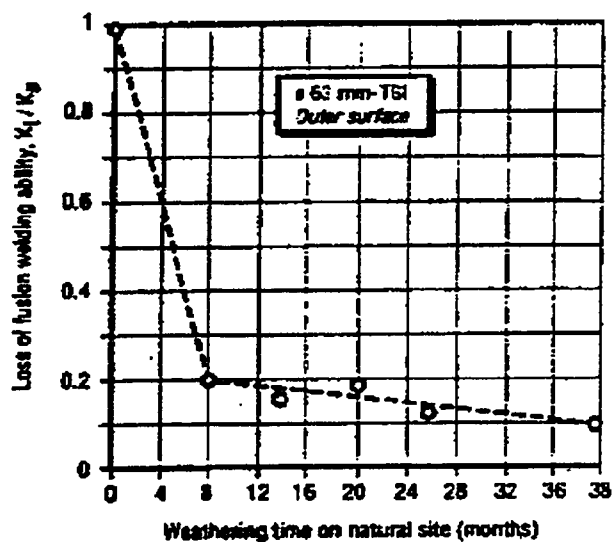


Figure 2.14. Perte de soudabilité en fonction du temps, sur un site naturel (soudage par fusion)

Diverses hypothèses sont proposées pour expliquer la perte de soudabilité avec le vieillissement : réticulation (*crosslinking*) physique ou chimique des chaînes qui peut réduire le mouvement des macromolécules, scission des macromolécules (diminution de Mw) dont la longueur ne permet plus de bons enchevêtrements, augmentation du volume des macromolécules due au greffage de l'oxygène qui diminue les volumes d'interdiffusion pendant le soudage (le remplacement de H par O, conduisant à une variation significative du volume), formation de couches de polyéthylène de cohésion plus faible qui peuvent se séparer des sous-couches internes.

Les auteurs ont déterminé que ces divers phénomènes pouvaient apparaître et s'imposer dans le même temps, excepté la réticulation chimique qui pouvait être négligée si on se référait à l'augmentation continue des groupes vinyls, qui suggère plus probable un processus de scission des macromolécules. Néanmoins, la réticulation physique, qui peut être la conséquence de liaisons Hydrogène - Oxygène, demeure une hypothèse raisonnable. Par ailleurs, il est mentionné que de fortes interactions entre groupements carbonyles et acides carboxyliques peuvent donner lieu à une réticulation locale qui diminue la mobilité des chaînes.

La couche de faible cohésion peut être éliminée en nettoyant la surface par un produit approprié, comme le méthyl éthyl cétone.

Un mécanisme à deux niveaux a été proposé pour estimer la perte de soudabilité avec le vieillissement. Le premier niveau semble être la création d'une barrière superficielle, obtenue en saturant avec l'oxygène la surface de la pièce, comme le montrent les résultats de l'ESCA. Un rapport Oxygène / Carbone de 10 % est apparemment suffisant pour altérer de manière considérable la soudabilité. Ensuite, le second niveau peut correspondre à la propagation des réactions d'oxydation dans les couches internes, réduisant ainsi la mobilité des chaînes, surtout dans les premiers 50  $\mu\text{m}$  en dessous de la

couche superficielle. Cette mobilité des chaînes est nécessaire pour avoir une bonne interpénétration des surfaces pendant le soudage.

Par ailleurs, la présence d'une couche d'oxyde pourrait favoriser l'initiation de fissures dans les feuilles de polymères. Sur le vieillissement de type oxydant, Le Huy et Aubin (1997) expliquent que celui-ci est confiné dans une couche superficielle allant de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres d'épaisseur, tandis que le coeur des pièces est préservé. Ce caractère hétérogène du vieillissement peut avoir des conséquences importantes sur les propriétés mécaniques du matériau, puisque leur évolution dépend de la fraction superficielle dégradée rapportée au volume ou à l'épaisseur totale de la pièce. Après une description des différents facteurs d'oxydation et des modèles des modes de vieillissement, les auteurs mettent en évidence, pour différents matériaux et oxydations, une couche oxydée critique à partir de laquelle l'allongement à la rupture diminue brutalement. Ainsi, la couche oxydée possède un caractère fragile tandis que le coeur de la pièce présente un comportement ductile. La transition ductile-fragile d'un matériau hétérogène peut ainsi être en relation avec une épaisseur critique de couche oxydée fragile :

- Si l'épaisseur de couche oxydée est inférieure à l'épaisseur critique, la rupture est ductile : les fissures sont amorcées dans la zone oxydée mais sont arrêtées dans le coeur ductile de la pièce ;
- Si l'épaisseur de couche oxydée est supérieure à l'épaisseur critique, la rupture est fragile : les fissures apparaissent et se multiplient dans la zone oxydée. Certaines d'entre elles se propagent dans la zone de coeur jusqu'à la rupture.

Finalement, Le Huy et Aubin estiment que cette couche superficielle fragile peut être considérée comme une zone d'amorce de la rupture, similaire à une entaille de même profondeur dans le matériau vierge.



#### 2.2.4. Conclusion

Les phénomènes impliqués lors du soudage des feuilles de géomembrane sont peu expliqués. Quand on considère les conditions de soudage, la bibliographie traite principalement de leurs effets sur les résultats du pelage, qui demeure l'essai mécanique le plus courant et le plus rapide.

À propos du soudage des géomembranes, les études présentées indiquent que :

- les conditions sur site influencent la qualité du soudage, via les résultats de l'essai de pelage ;
- les conditions de soudage réglées sur la machine conduisent à une qualité de soudage variable, contrôlé par l'essai de pelage ;
- de nombreuses conditions de soudage semblent convenables, suivant le résultat des soudures correspondantes au pelage ;
- aucun essai n'a été effectué sur les soudures satisfaisant l'essai de pelage, afin de contrôler leur qualité et permettre leur comparaison ;
- le comportement à long terme des soudures en fonction des conditions fixées n'est pas considéré ;
- contrairement au soudage par extrusion, le préchauffage des feuilles ne semble pas nécessaire pour le soudage par fusion lorsque la température de la feuille est estimée entre 0 et 60°C.

Finalement, le soudage des tubes, même s'il se révèle très différent du soudage des géomembranes notamment par son caractère quasi statique, nous apprend que :

- le grattage et le nettoyage des surfaces à souder améliorent la qualité des soudures ;
- la soudure ne doit pas être déplacée ou en mouvement tant qu'elle n'a pas entièrement refroidi ;

- le refroidissement doit être contrôlé ;
- les températures de soudage sont nettement inférieures à celles utilisées pour le soudage des géomembranes ;
- il est important d'évaluer une température de dégradation du polyéthylène des géomembranes, puisque les vitesses de soudage élevées doivent nécessiter une température minimale de bon soudage assez élevée.

#### 2.2.5. Discussion

Les diverses études montrent que de nombreuses conditions répondent convenablement au test de pelage : soit il existe une large gamme de conditions permettant d'obtenir des soudures de bonne qualité, soit les méthodes de contrôle ne sont pas suffisantes. Il semble donc opportun de vérifier l'efficacité de l'essai de pelage et d'analyser les soudures obtenues pour vérifier si elles apparaissent semblables. Dans notre étude, l'essai de pelage doit être utilisé comme l'essai rapide et habituel destiné à vérifier si le joint est une soudure ou non, qui permet ainsi d'évaluer la gamme de soudage de la machine. Par ailleurs, l'analyse des divers résultats du pelage doit être effectuée afin d'observer si l'essai de pelage peut définir précisément la qualité des soudures, comme le pense Peggs. Dans ce cas, lorsqu'il y a réellement soudage, les résultats de l'essai de pelage devraient être différents suivant les conditions de soudage.

Lorsque d'autres méthodes sont ajoutées, tels des observations microscopiques ou l'essai d'impact, les résultats ne sont guère satisfaisants. Cependant, l'observation microscopique peut fournir des informations appréciables sur la géométrie de la soudure, notamment sur la qualité de la perle de soudage. La qualité à long terme des soudures en fonction des conditions de soudage n'a pas été évaluée.

D'après les observations sur des sites non-exploités, le soudage entraînerait une fragilité des feuilles dans le voisinage des soudures. Peut-on attribuer cette déficience à un

recouvrement imparfait des géomembranes sur ces sites, exposant celles-ci aux rayonnement UV ? En est-il de même pour les sites en fonctionnement ?

Le soudage change la microstructure du polymère et son orientation dans la partie portée à fusion. Cette variation de la microstructure est directement dépendante des paramètres de soudage, à savoir la température de l'élément chauffant, la vitesse du soudage, la pression appliquée, qui ne sont pas comparables suivant les appareils de soudage (design de la machine) et la manière dont les paramètres sont mesurés. A ces paramètres, on peut ajouter la durée du refroidissement, la durée d'application de la pression de soudage, et enfin la durée (presque négligeable pour la soudeuse utilisée pour nos essais) qui sépare le passage de l'élément chauffant de celui des rouleaux de pression. On peut se demander s'il faudrait, par exemple, augmenter la durée d'application de la force, sans en changer la valeur.

À l'évidence, un procédé rapide avec des conditions de température et force élevées engendre le plus de modifications dans la structure de la géomembrane. Struve (1993) montre qu'à basse température et à basse vitesse, le domaine de 'bon soudage' est fortement rétréci, mais qualitativement, n'est-ce pas précisément là que l'on obtient les meilleures soudures ? Les températures de l'ordre de 450 à 500°C ne sont-elles pas trop élevées ? Il semble important de définir une température limite supérieure de soudage. En effet, c'est ce paramètre qui apparaît comme le plus important dans ce procédé : pour une vitesse et une force de soudage données, la température doit permettre de fondre une partie de l'épaisseur de la feuille, en minimisant la dégradation du polymère. Évidemment, réduire la température de soudage signifie ralentir la vitesse de soudage, et par le fait, prendre plus de temps pour le soudage. Cependant, ne vaut-il pas mieux doubler le temps du soudage si cela permet un assemblage plus sûr à long terme ?

## **2.3. La machine de soudage**

### **2.3.1. Introduction**

La machine de soudage est la version améliorée de celle décrite par Struve (1993). Celle-ci a été conçue pour diminuer le nombre des paramètres incontrôlés. Cependant, comme l'explique Struve, le rôle des techniciens soudeurs est très important même pour une machine excessivement sophistiquée. Les techniciens doivent être bien entraînés, et savoir utiliser la machine quelles que soient les conditions. Il reste donc que l'expérience et le sérieux du technicien soudeur sont toujours impliqués dans la qualité des soudures.

Tout d'abord, nous rappelons les principaux résultats de l'étude de Struve qui ont permis la conception de la machine de soudage. Ensuite, les caractéristiques de la machine améliorée sont présentées.

### **2.3.2. La machine de soudage utilisée par Struve**

#### **2.3.2.1. Idées générales pour la conception de la machine**

Par rapport aux machines plus anciennes, celle-ci permet un meilleur contrôle des paramètres de soudage. En particulier, la force exercée par les rouleaux sur les feuilles après le passage de l'élément chauffant est mesurée et peut être modifiée à la convenance de l'utilisateur, alors qu'auparavant seules une ou deux valeurs de force étaient proposées, et non-contrôlées.

L'objectif de Struve était de pouvoir maintenir continuellement les conditions de soudage définies comme optimales, de telle manière que :

- (a) les paramètres automatiques inhérents soient contrôlés par le design mécanique ;
- (b) un contrôle feed-back électronique en boucle fermée soit mis en place quand (a) n'est pas possible ou peu pratique ;
- (c) un enregistrement en temps réel des paramètres pendant le soudage par un acquisateur de données (*data logger*), permettant d'observer après coup la variation des paramètres pendant le soudage et de définir les conditions de soudage optimales (ce qui est appelé 'fenêtre de soudage' ou 'bulle de soudage', résultats présentés à la Figure 2.9 de la section 2.2.2).

Pour concevoir la machine, les paramètres pouvant affecter le soudage ont été relevés et classés en 7 catégories :

1. Les paramètres incontrôlables, comme les conditions ambiantes et celles liées au site ;
2. Les paramètres de design de la machine de soudage qui sont ou bien stables ou bien maintenus par la machine, mais qui ne peuvent être ni déterminés par l'opérateur, ni changés par un contrôle feed-back ;
3. Les paramètres ajustables de la machine que l'opérateur peut régler et qui sont alors automatiquement maintenus par la machine (ces paramètres peuvent être contrôlés) ;
4. Les paramètres ajustables de la machine que l'opérateur peut déterminer mais qui ne sont ni contrôlés, ni automatiquement ajustés par la machine ;

5. Les paramètres contrôlables que l'opérateur peut fixer et qui sont automatiquement ajustés par la machine par l'intermédiaire de systèmes de feed-back en boucle fermée ;
6. Les paramètres contrôlables que l'opérateur peut fixer et qui sont automatiquement ajustés par la machine par une réponse programmée (feed-back en boucle non fermée) ;
7. Le nettoyage sur le site et l'attention pour s'assurer que la machine de soudage peut fonctionner comme prévu.

La soudeuse avec élément chauffant devait être conçue pour maximiser les catégories 2 et 3 (les caractéristiques incorporées d'auto-ajustement) et éliminer la catégorie 4. Il fallait aussi prendre en compte la catégorie 7 (facilité d'utilisation sur site) comme un des principaux objectifs.

Habituellement, seuls les paramètres des catégories 5 et 6 sont reportés comme contrôle du procédé. Cependant, les paramètres rangés dans les catégories (énoncées par Struve dans l'ordre de préférence suivant) 2, 3, 5 et 6 font parties du contrôle du procédé.

La catégorie 5 couvre le type de paramètres dont la valeur réelle peut être mesurée et comparée par rapport à la valeur souhaitée, et la différence avec celle-ci est utilisée pour ramener le paramètre à la valeur voulue. Les régulateurs de température associant des détecteurs thermocouples sont caractéristiques des dispositifs de feed-back en boucle fermée. La catégorie 6 représente les paramètres dont on connaît l'influence. Par exemple, d'après des résultats du test de pelage, il semblerait qu'une variation de la température des feuilles affecte la qualité du soudage, et que celle-ci peut être compensée par une modification de la vitesse de soudage. Dans ce cas, les mesures du changement d'un des paramètres, la température de la feuille, ajustent alors un second paramètre totalement indépendant, la

vitesse, pour atteindre le changement souhaité sur un troisième paramètre qui ne peut pas être mesuré en temps réel, la “qualité de la soudure”.

De nombreux détecteurs ont été disposés dans la machine pour le contrôle des paramètres, permettant ainsi de tester et d’affiner le design de la nouvelle machine et de fournir les signaux du contrôle feed-back en boucle fermée et les signaux d’information nécessaires pour l’enregistrement en temps réel des paramètres (*data logging*).

La longueur totale de la machine est de 280mm, sa largeur de 300mm et sa masse est de 14kg sans sa boîte de contrôle, et de 18kg avec celle-ci. De petites dimensions et assez légère, il semble que sa conception est très fiable, et que la machine est facile à entretenir et à utiliser parce que l’opérateur de la soudeuse ne fait pas d’ajustement sur la machine.

Cette machine de soudage est prévue pour fonctionner dans les gammes de vitesse, force et température présentées au Tableau 2.1.

Vitesse ( <i>speed</i> )	0.6 à 5.8 m / min
Force des rouleaux de pression ( <i>nip force</i> )	220 à 580 N
Température de l’élément chauffant ( <i>wedge temperature</i> )	Jusqu’à 500°C

*Tableau 2.1. Gammes d'utilisation de la machine de soudage  
étudiée par Struve (1993)*

Les sections suivantes décrivent un certain nombre de détails du design incorporé dans la machine, qui contribuent significativement à la performance de cette machine.

### 2.3.2.2. Le design mécanique de la machine

Les paramètres de la machine ont été déterminés en considérant les exigences suivantes :

- légèreté et dimensions réduites, avec le profil le plus bas possible pour éviter un déplacement vertical trop important des géomembranes ;
- l'ensemble des mécanismes devant se trouver totalement enfermé, pour éliminer ajustement et contamination sur le terrain.

Pour le design de l'élément chauffant, une insertion de côté a été choisie pour minimiser la taille et le profil de la machine. En plus d'aider à minimiser les dimensions, un court et bas profil réduit aussi la différence de distance entre les géomembranes supérieure et inférieure lorsque la machine avance le long du joint. Cela permet d'éviter les "bouches de poissons" (*"fish mouths"*) et les réparations consécutives.

Un élément à surfaces plates a été choisi. Celui-ci n'a pas besoin nécessairement d'être symétrique suivant un axe horizontal, mais il doit seulement chauffer de manière symétrique (ou intentionnellement asymétrique) les géomembranes supérieure et inférieure. En conséquence, l'élément a été conçu pour avoir sa surface supérieure horizontale, ce qui limite la hauteur du profil, en devenant un chemin 'naturel' pour la surface de la géomembrane supérieure (Cf. Figure 2.15).



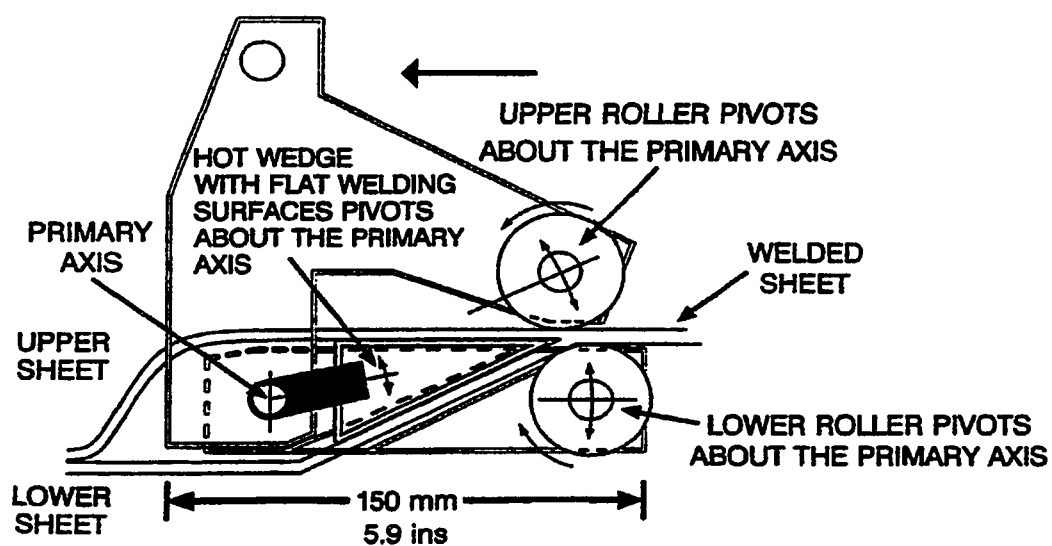


Figure 2.15. Plan de la machine (Struve, 1993)

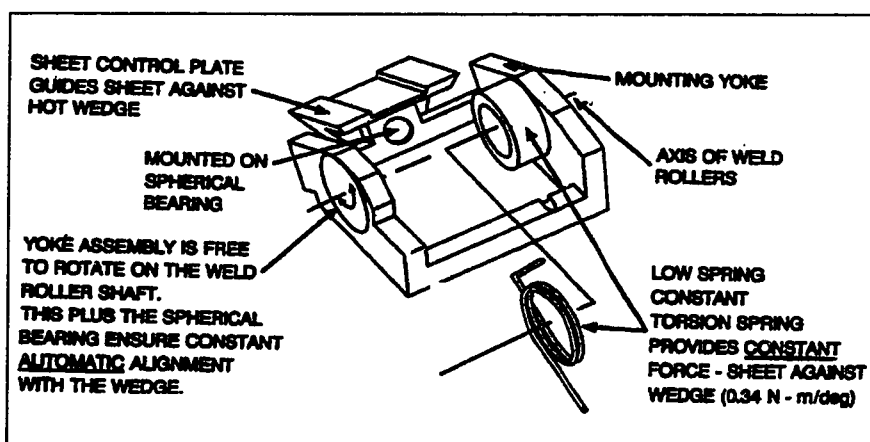
La flèche indique le sens de soudage (sens de l'avancée de la machine)

Des efforts particuliers ont été apportés pour inclure l'ajustement ou la stabilité des paramètres auto-ajustés dans le design mécanique. Ci-dessous, sont spécifiées quelques unes des caractéristiques de la machine :

- L'élément chauffant peut se positionner lui-même dans une position d'équilibre entre les géomembranes par le fait qu'il est supporté et peut pivoter sur un roulement placé sur le même axe que celui du pivot des rouleaux de pression d'homogénéisation sur la soudure (*weld nip rollers*) (paramètre de la catégorie 2).
- Les rouleaux de force pivotant sur le même axe principal que l'élément chauffant, comme montré à la Figure 2.15, font que la machine s'auto-ajuste suivant l'épaisseur de la membrane. L'espace entre la ligne d'application des rouleaux de pression et l'élément reste constant. Cette caractéristique du design est principalement responsable dans le fait que cette machine peut souder des géomembranes HDPE de 1.0 mm, de 1.5 mm, ou bien encore de 1.0 mm en VLDPE, sans changer aucun paramètre. Souder des géomembranes de différentes épaisseurs ensemble sans avoir à régler la machine est alors réalisable, parce que l'élément chauffant prend automatiquement la position de la force d'équilibre entre la feuille supérieure et inférieure (paramètre de la catégorie 2).
- La force nécessaire pour pousser les rouleaux de force l'un contre l'autre est fourni physiquement par un grand ressort avec une relativement faible constante de rappel (*spring constant*) d'approximativement 10 N/mm. Ainsi, des variations normales dans la distance séparant les rouleaux de force (causées, par exemple, par la saleté sur les surfaces des géomembranes ou des changements de l'épaisseur de la feuille le long du joint) aboutissent à des variations insignifiantes

de la pression devant être appliquée sur la soudure. Une variation de 0.5mm a pour effet de changer de 10N cette force. La force sur la soudure, paramètre de la catégorie 3, est contrôlée en continu.

- Les dispositifs utilisés pour garder la géomembrane en contact intime avec les surfaces de l'élément chauffant sont montés sur un maintien sphérique (Cf. Figure 2.16) afin qu'ils soient eux-mêmes alignés avec les surfaces plates chauffantes (paramètre de la catégorie 2).



*Figure 2.16. Assemblage pour assurer le contact entre la géomembrane et l'élément*

### 2.3.2.3. Design électronique

#### ◇ *Contrôle de la vitesse*

Le maintien de la vitesse à une valeur choisie est donné dans un mode normal de feed-back à boucle fermée. Le signal du détecteur de vitesse est comparé par rapport au point fixé. N'importe quelle différence génère le changement du voltage du moteur pour éliminer la différence.

D'après Struve, la méthode dans laquelle la vitesse (paramètre de la catégorie 6) varie continuellement à mesure que la température de la feuille évolue, en suivant une courbe de 'température de la feuille en fonction de la vitesse' pour un type particulier et une épaisseur de géomembrane n'est pas considérée comme appropriée. Il n'est certainement pas nécessaire de faire varier la vitesse pour tous les changements de température. De plus, l'établissement de courbes détaillées indépendantes de la vitesse en fonction de la température pour toutes les combinaisons matériau et épaisseur de celui-ci, et pour toutes les conditions sur site est une tâche impossible. En outre, il n'existe pas de méthode facile pour un tiers de vérifier que la variation de la vitesse de la machine est en fait 'sous contrôle' et conforme à la réponse correcte de la courbe.

Une approche différente a été adoptée pour cette machine. Le principe est de maintenir une vitesse fixe pendant que la température de la feuille reste dans un intervalle particulier, et d'effectuer le changement d'un pas en vitesse quand la température de la feuille sort de l'intervalle dans laquelle elle se situait. Ceci est graphiquement représenté par la Figure 2.17.

L'opérateur de soudage règle la machine, fait des soudures de préqualification, vérifie que les conditions sont convenables pour commencer le soudage. La fonction 'd'auto-ajustement de la vitesse' (*auto speed adjust*) est mise en route, qui note immédiatement la température

véritable de la feuille, par exemple 40°C, qui est placée par le système de contrôle à l'intérieur de l'intervalle de température " D ". Si la température s'élève au-dessus de la valeur supérieure de l'intervalle " D ", l'ordinateur reconnaît que la machine doit maintenant opérer dans l'intervalle de température " E " et par conséquent ajuste la vitesse par l'incrément " d ".

Finalement, les essais ont montré que le changement de température n'était pas significatif sur les résultats de l'essai de pelage. Dans sa version commerciale, ce contrôle de la vitesse n'est donc pas incorporé.

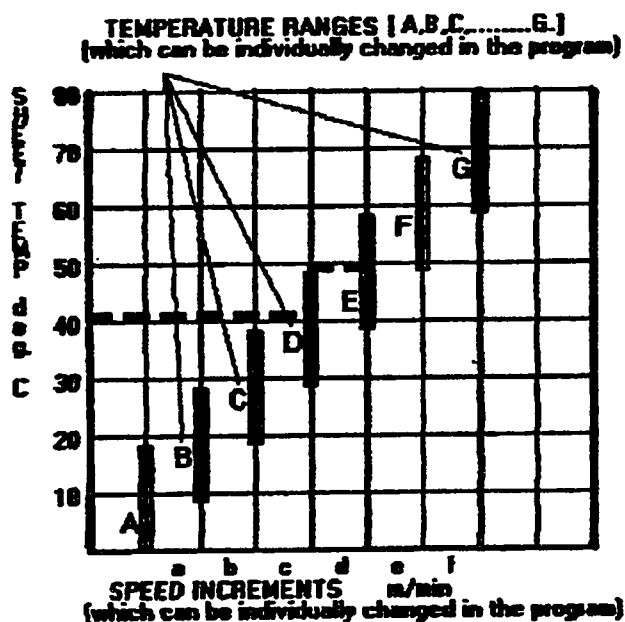


Figure 2.17. Représentation du programme du contrôle de la vitesse

### ◊ *Le contrôle de la température*

C'est le contrôle le plus répandu, par thermocouple, système feed-back en boucle fermée, qui est ici utilisé. Cependant, comme il n'existe pas de température de soudage unique, Struve affirme qu'il est essentiel de porter son attention sur la stabilité de la température plutôt que sur sa valeur réelle. La position du thermocouple est généralement à mi-distance entre la source de chaleur et la surface de l'élément. La température qui est lue correspond à la température à l'intérieur du métal de l'élément chauffant à ce point : elle n'est pas toujours comparable avec les températures de contrôle citées pour d'autres machines dont les thermocouples sont situés différemment ou placés dans un élément constitué d'un autre métal, et cette température est de toute façon différente de celle réellement appliquée sur les feuilles.

L'élément chauffant opère en deux modes, à l'extérieur du joint de soudure quand l'appareil chauffe ou est à température mais sans soudage, et dans le joint de soudure lorsqu'il y a soudage. Dans le premier cas, la puissance de l'appareil de chauffage par rapport à la quantité de chaleur nécessaire est très grande, et demande une large bande de contrôle proportionnel. Dans le second cas, où les proportions sont typiquement de 2 pour 1, une bande de contrôle proportionnel étroite est nécessaire. L'astuce est de concevoir le système et programmer le contrôleur pour éviter de dépasser une température importante quand il n'y a pas soudage, d'éviter une forte chute de la température lorsque l'on commence le soudage, et de porter ainsi la température dans un intervalle contrôlé acceptable, dans les limites d'environ un mètre de distance après le début du soudage. Une courbe de réponse typique de la température de l'élément chauffant avant soudage et au début du soudage pour cette machine est montrée à la Figure 2.18.

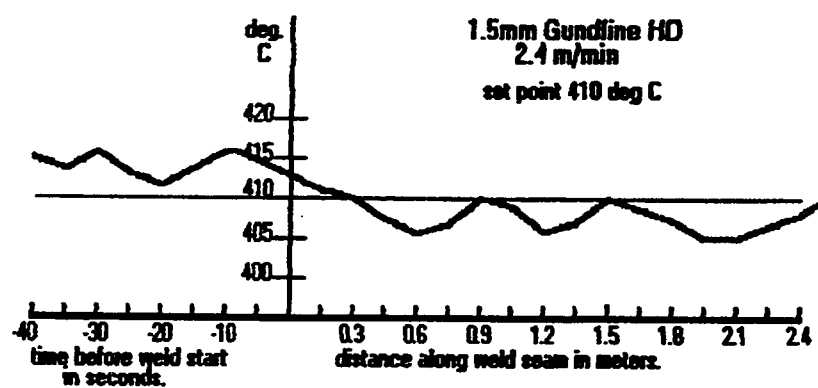


Figure 2.18. Réponse typique de la température de l'élément avant et au début du soudage

### ◊ *Voltage*

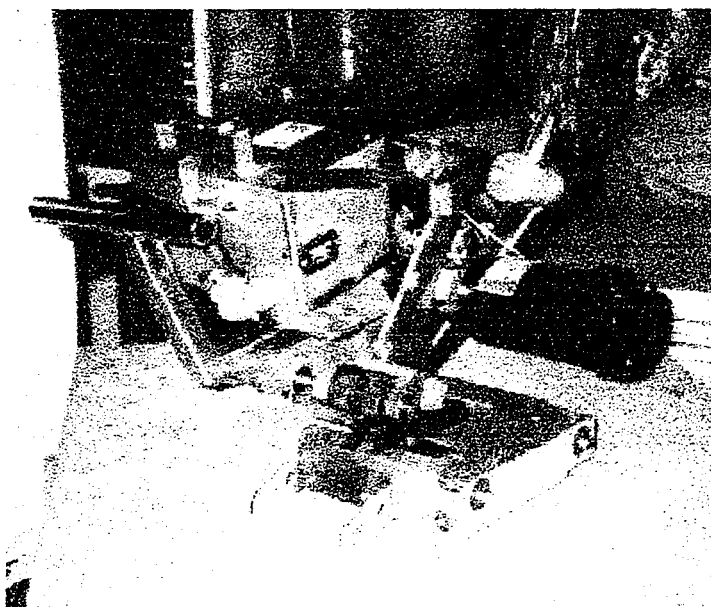
Les divers systèmes de contrôle par ordinateur utilisent toutes les fluctuations du voltage comme des événements normaux causant des déviations par rapport au point fixé, desquelles résultent des actions correctives de contrôle. Donc, les fluctuations normales ne sont pas significatives. Il y a cependant une limite inférieure qui doit être évitée, parce qu'une rapide réduction du chauffage de l'élément est perçue comme une chute du voltage.

Typiquement, au point fixé, les appareils chauffants doivent fonctionner à 50 % en moyenne de leur puissance. Quand le voltage diminue (et ainsi, la température), l'outil de contrôle commence à mettre en marche plus de puissance de l'élément chauffant, en proportion de la différence par rapport au point fixé. Si cette différence continue à augmenter, l'outil de contrôle continue à augmenter la puissance, et alimente les appareils chauffants jusqu'à ce que la puissance de chauffe atteigne 100% du temps. Si, parce que le voltage est faible, la température continue à baisser, le contrôleur ne peut pas faire plus et le système devient hors de contrôle. Afin d'éviter cette situation, un voltmètre accessible pendant que la machine est utilisée, permet aux techniciens sur le site de s'assurer qu'il y a un voltage adéquat pendant le fonctionnement, en tenant compte des pertes de voltage dues aux fils de rallonge, aux boîtes de distribution, etc., quand la quantité totale de courant est en train d'être tirée. Le contrôle étroit des fluctuations du voltage n'est pas utile étant donné qu'il faut qu'une sérieuse défaillance soit observée, comme une variation anormale de la température de l'élément chauffant, paramètre à contrôler avec attention.

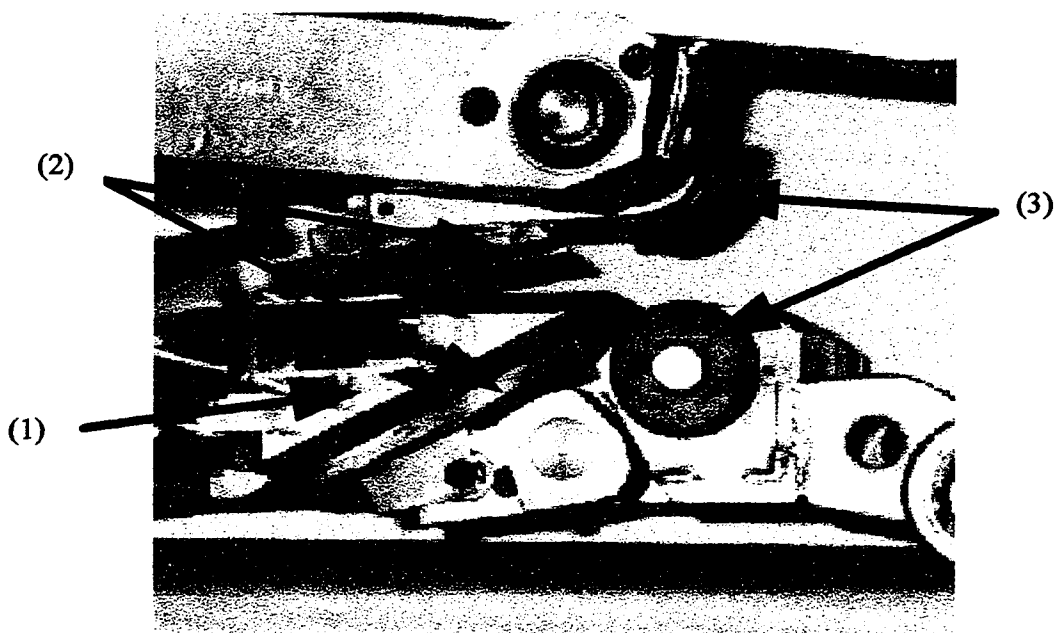


### 2.3.3. Caractéristiques de la machine de soudage utilisée

Les photographies des Figures 2.19 et 2.20 présentent la machine de soudage. Les caractéristiques de l'élément chauffant sont illustrées aux Figures 2.21 et 2.22.



*Figure 2.19. Vue principale de la machine de soudage*



*Figure 2.20. Élément chauffant (1), plateaux de contrôle des feuilles (2), rouleaux de pression (3)*

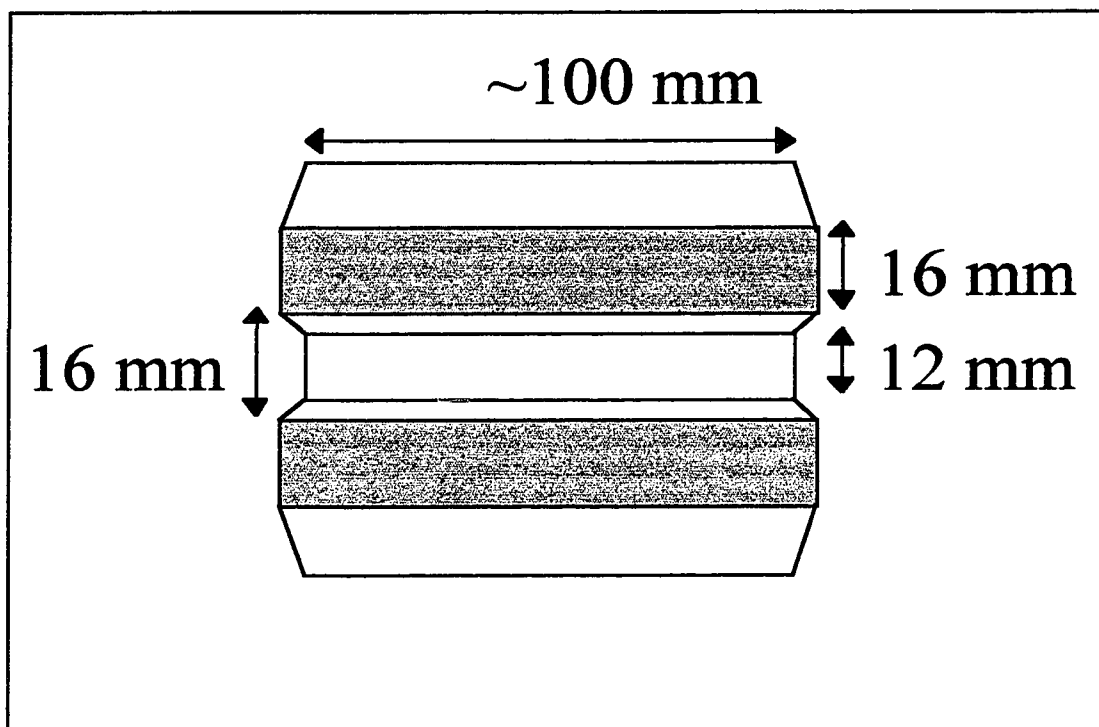


Figure 2.21. Vue du plan de l'élément chauffant

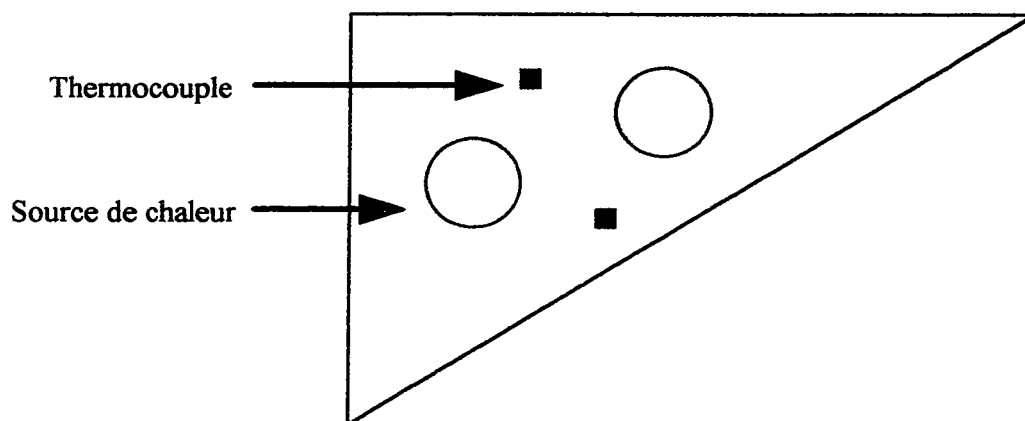
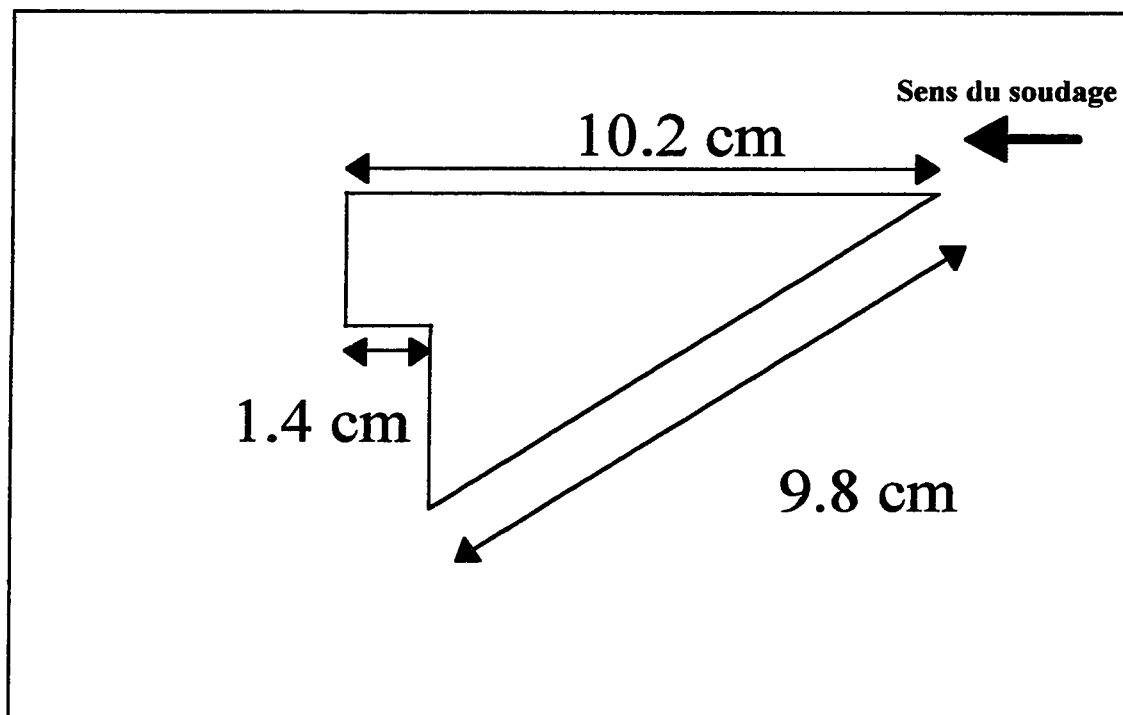


Figure 2.22. Vue latérale de l'élément chauffant

1. Dimensionnement

2. Positions possibles des sources de chaleur et des thermocouples

## **2.4. Expérimentation du soudage**

### **2.4.1. Introduction**

Les conditions de soudage doivent être sélectionnées avec précision. La température, vitesse et force utilisées agissent sur la fusion du matériau, causant des changements structuraux, et sur la forme de la pièce plastique, modifiant la mise en forme de l'extrusion (par la relaxation des contraintes de fabrication ou résiduelles, et de l'orientation des macromolécules). De plus, le polyéthylène de moyenne densité a une expansion de l'ordre de 20% en volume, à pression ambiante, lorsqu'il est porté de 20 à 200°C (Bowman, 1997).

Dans le cas des géomembranes, il a été montré qu'un traitement thermique (145°C pendant 2 heures) conduisait à une diminution significative de la dimension des échantillons suivant la direction machine d'extrusion, une diminution locale sur le plan médian de la feuille selon la direction transverse, et un gonflement important suivant l'épaisseur de la feuille (Mlynarek et al., 1998). Ainsi, un traitement thermique induit des contraintes de compression suivant la direction machine des feuilles, qui est la principale direction de soudage. Après passage de l'élément chauffant, la force de soudage est appliquée sur le polymère fondu et ramolli, ce qui produit une forme particulière de la soudure (ceci est décrit plus précisément au paragraphe 3.1). Par ailleurs, ce sont les rouleaux produisant la force de soudage qui par leur rotation, font avancer la machine. Le comportement mécanique de l'assemblage est donc dépendant des conditions de soudage, le soudage conduisant à une modification locale des propriétés des feuilles (structure, forme, etc.).

Les polymères sont d'excellents isolants thermiques. L'augmentation de la cristallinité, de la densité, de la masse moléculaire et de l'orientation, tend à augmenter la

conductivité thermique (Oudet, 1994). L'évacuation des calories à la surface des feuilles se fait de manière relativement rapide, tandis que le flux de chaleur à l'intérieur du matériau est relativement lent. Ainsi, le soudage change la structure du matériau, mais il s'agit aussi d'un phénomène local qui se traduit par des gradients thermiques au niveau du joint, conduisant à des contraintes résiduelles. D'après Maranda (1995), les contraintes résiduelles s'établissent pendant le refroidissement. Il semble aussi que le gradient de température peut conduire à une résistance non-uniforme de la soudure et être responsable du développement de contraintes résiduelles (Lefebvre, 1991). Rollin et al. (1989) ont montré qu'un choix inadéquat des conditions de soudage (vitesse, température, force) peut causer le phénomène de fissuration sous contrainte, et que le surchauffage (*overheating*) du matériau induit des gradients thermiques qui accentuent les contraintes résiduelles. De façon générale, l'analyse des contraintes résiduelles sur les géomembranes et les soudures s'avèrent une tâche difficile (Cf. l'étude de Lord Jr et al., 1991).

Rollin et al. (1998) ont présenté une simulation du transfert thermique, en utilisant l'équation de la conductivité thermique en deux dimensions pour un régime transitoire, et en prenant en considération un élément chauffant typique en laiton (Cf. Landreth et Carson, 1991). La conductivité du PEHD est évalué à  $0.48 \text{ W/m} \cdot ^\circ\text{C}$  (Brandrup et Immergut, 1975) et à  $147 \text{ W/m} \cdot ^\circ\text{C}$  pour l'élément chauffant (Holman, 1990). D'après Mesloh (1990), on peut supposer dans ce cas particulier que la présence de noir de carbone n'a pas d'influence sur la conductivité du PEHD. Pour une température de soudage de  $400^\circ\text{C}$ , avec une durée sous l'élément chauffant entre 1.5 et 2.25 secondes et des vitesses entre 2 et 3 m/min., la simulation a montré que la température de la surface interne de la feuille était comprise entre 155 et environ  $230^\circ\text{C}$ , tandis que celle de la surface externe n'excédait pas  $75^\circ\text{C}$ , et se situant fréquemment autour de  $55^\circ\text{C}$ . La faible conductivité thermique de la géomembrane a pour effet d'augmenter le gradient thermique entre la zone fondue et la géomembrane adjacente. Si on augmente cette conductivité, le gradient thermique apparaît atténué puisque le matériau

conduit mieux la chaleur. Du fait de la conductivité et du procédé qui nécessite une vitesse élevée, la quantité de polymère fondu par le soudage est assez faible. En moyenne, le polymère fond sur une épaisseur de l'ordre de 0.3 à 0.5mm, et sur moins de 0.05mm sur le bord de l'élément chauffant.

#### 2.4.2. Conditions expérimentales

Pour évaluer les possibilités de la machine de soudage et l'importance des conditions de soudage sur les caractéristiques des soudures, 64 conditions ont été sélectionnées et mises en oeuvre sur une seule sorte de géomembrane PEHD, d'épaisseur 1.5mm. Ces conditions varient à l'intérieur des limites suivantes, comme illustrées par la Figure 2.23 :

- Force des rouleaux de pression entre 220N et 580N, pour reprendre celles choisies par Struve (1993). Quelques conditions à 770N, force limite de la machine, ont été aussi effectuées. La force est fixée en disposant les deux feuilles à souder entre les rouleaux de pression, l'élément chauffant n'entrant pas en fonction. Ensuite, lorsque l'élément chaud est placé entre les feuilles à souder, la force exercée sur les feuilles diminue du fait qu'une partie de la feuille est fondue ou ramollie. Ainsi, la valeur de force considérée dans nos conditions n'est pas exactement la force appliquée sur les feuilles après l'action de l'élément chauffant ;
- Température entre 300 et 500°C. Cette température, indiquée sur la machine, est mesurée par les thermocouples insérés dans l'élément chauffant : il ne s'agit donc pas de la température réelle de soudage, d'une part parce que la feuille subit un gradient de température suivant son épaisseur ; d'autre part, en considérant que les thermocouples sont bien calibrés, la mesure de température reste cependant relative du fait de la position des thermocouples dans l'élément chauffant. En effet, une certaine distance sépare les deux thermocouples de la surface de l'élément, ce qui retarde d'autant plus la régulation de la température si celle-ci change à la surface de la feuille. Il ne faut donc pas confondre température de soudage (relevée sur la machine) et température atteinte par le polymère. De plus, la relation entre la température de soudage et les caractéristiques de la soudure est rendue encore plus relative et complexe, du fait que le matériau subissant les plus hautes températures est évacué hors de la soudure (la perle de soudage) ;



- Vitesse de 1.37 m/min. à 6.09 m/min. (respectivement de 4.5 à 20 ft/min., vitesse maximale de la machine de soudage).

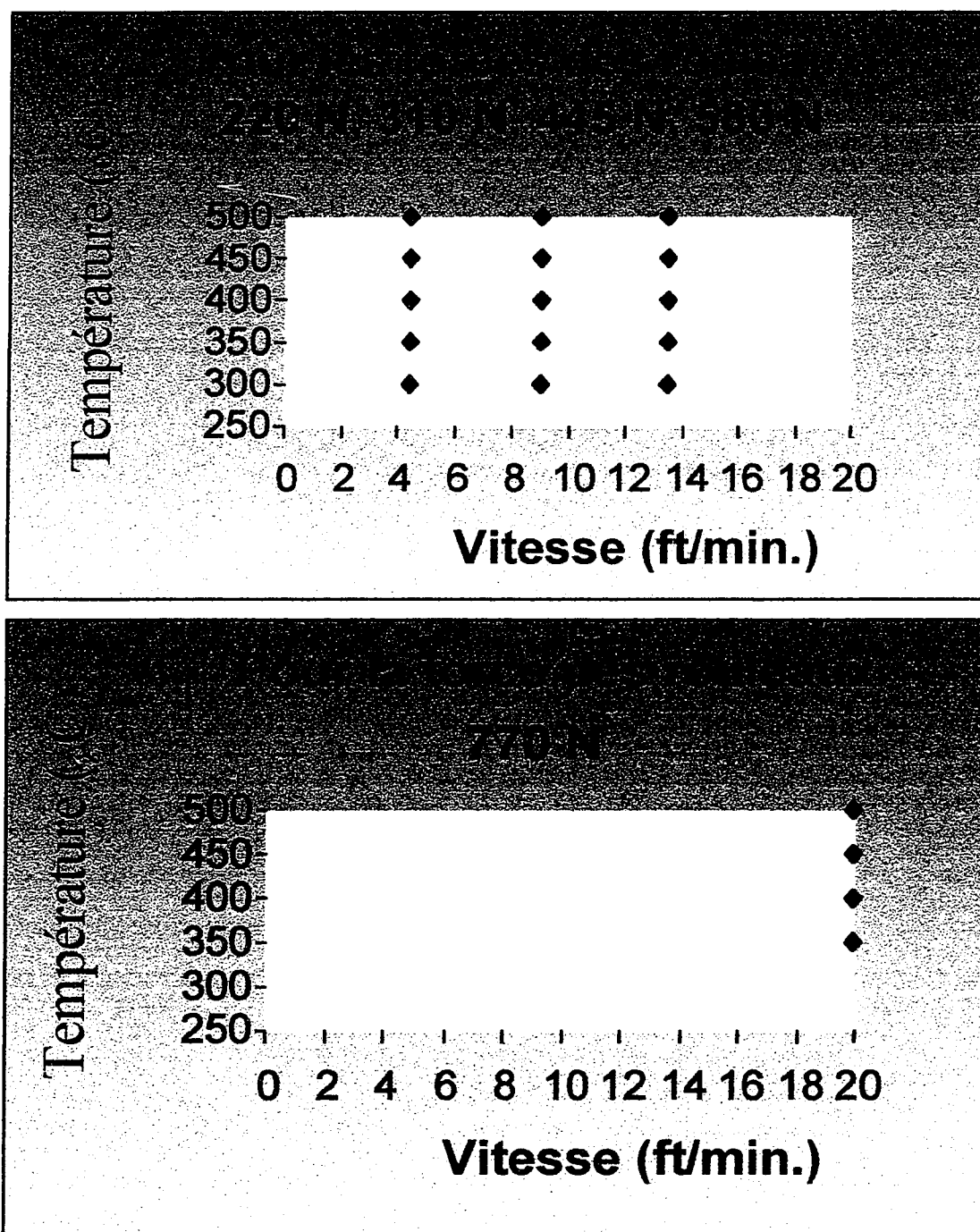


Figure 2.23. Conditions expérimentales de soudage

Il semble important de préciser que, de manière générale :

- Les conditions de soudage mises en œuvre dans cette étude ne peuvent être comparées à celles choisies sur une autre machine, puisque le design varie d'une soudeuse à une autre (par exemple, la position des thermocouples, les dimensions de l'élément chauffant sont presque toujours différents) ;
- Il ne vaut mieux pas chercher une relation entre les conditions de soudage imposées par la machine et celles réellement subies par les géomembranes, mais plutôt entre les conditions de soudage pour une machine donnée et les soudures obtenues.

Le soudage a été effectué le long de la direction machine (d'extrusion) des géomembranes, la plus habituelle sur site. Les conditions ont été sélectionnées afin d'être similaire à celle de l'étude de Struve (1993), pour évaluer la performance à court terme de cette machine.

En considérant l'hypothèse d'un transfert de chaleur uniquement de conduction, ainsi qu'un contact total entre l'élément et la surface des feuilles, on peut estimer la température de l'interface par la formule suivante :

$$T_i = (b_1 T_1 + b_2 T_2) / (b_1 + b_2) \quad (\text{Agassant, 1991})$$

Avec :  $T_i$ , température de l'interface ;

$T_1$ , température de la géomembrane (30°C) ;

$T_2$ , température de l'élément chauffant (voir Tableau 2.2) ;

$b_1$ , l'effusivité thermique du polyéthylène,  $b_1 = 9.2.10^2 \text{J} \cdot \text{C}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1/2}$  ;

$b_2$ , l'effusivité thermique de l'élément chauffant,  $b_2 = 7.52.10^3 \text{J} \cdot \text{C}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1/2}$  pour l'acier.

Température de soudage (°C)	Température estimée à l'interface (°C)
300	270.6
350	315.1
400	359.7
450	404.2
500	448.8

*Tableau 2.2. Estimation de la température de l'interface géomembrane - élément chauffant, pour 5 températures*

Les résultats du Tableau 2.2 seraient valables si la température à la surface de l'élément correspondait à celle fixée comme température de soudage, avant contact avec la feuille. Ces valeurs montrent une variation supplémentaire entre les conditions de soudage et les réelles conditions subies par le polymère.

#### 2.4.3. Pratique du soudage

Tous les joints ont été réalisés en laboratoire, à la température ambiante contrôlée (25°C), sur un sol plat et propre. Toute la surface des géomembranes a été nettoyée avant l'opération de soudage, pour enlever la poussière ou une humidité apparente. Il n'y a pas eu préchauffage de la zone de soudage, ni contrôle du refroidissement. Des échantillons de dimensions 5m x 0.5m ont été soudés sur leur longueur. En tout temps, l'opération a été contrôlée et aucune variation non intentionnelle des conditions n'a été détectée. Pour les essais, environ 3m de soudures sont disponibles pour chaque condition. Le Tableau 2.3 résume les étapes de l'opération de soudage, tandis que les photographies des Figures 2.24 et 2.25 montrent le déroulement de celle-ci.

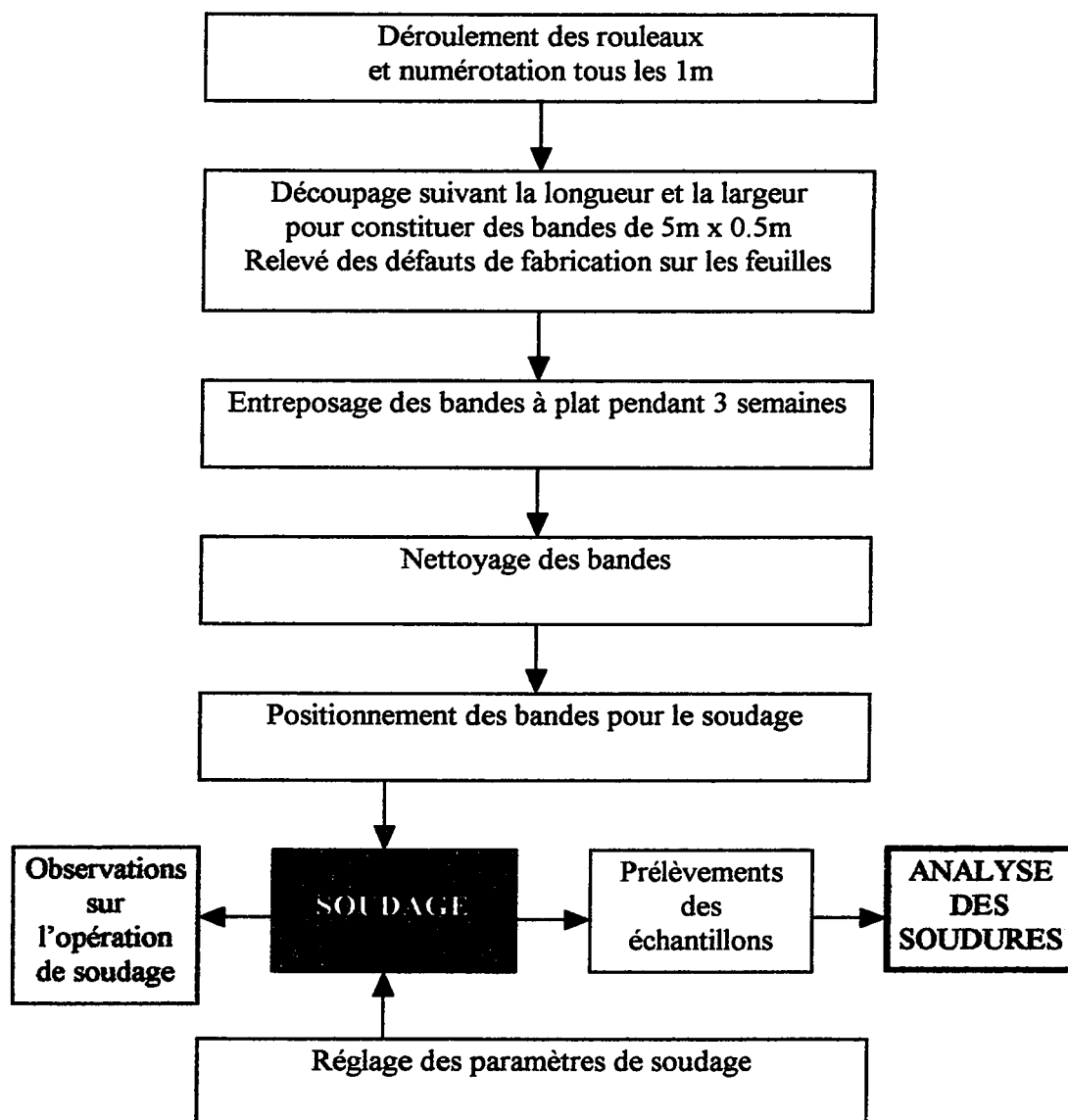
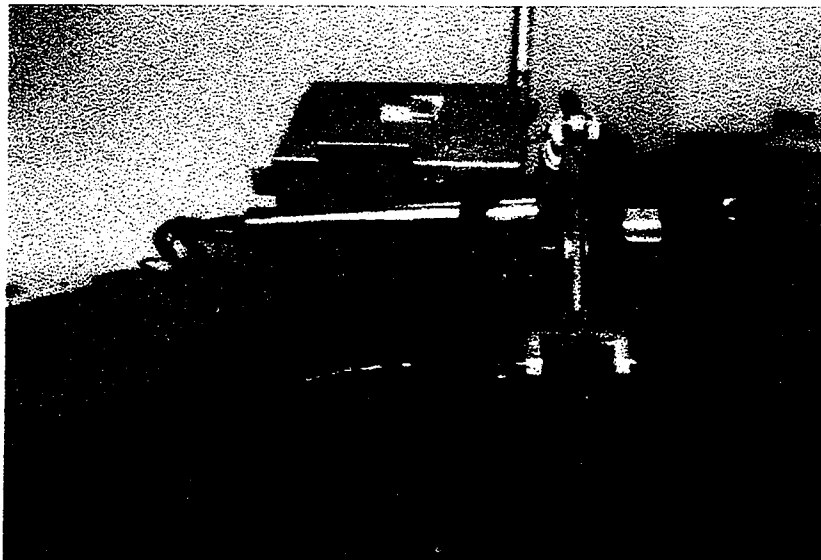


Tableau 2.3. Déroulement pratique du soudage



*Figure 2.24. Soudage des géomembranes PEHD en laboratoire*



*Figure 2.25. Soudage des géomembranes PEHD en laboratoire*

Le suivi continu de l'opération de soudage a permis de constater les points suivants :

1. La température indiquée par les thermocouples est réduite de quelques degrés par rapport à celle programmée, mais jamais plus que 5°C et seulement au début du soudage (jusqu'à environ 0.5m). Le contrôle de la température par la machine semble très performant. Il y a donc stabilité de la température ;
2. D'après le système de contrôle de la machine, la vitesse reste toujours constante. Cependant, on peut observer quelques variations de la vitesse pour les conditions où la vitesse est faible : la vitesse diminue, le polymère surchauffé empêchant l'avancée convenable de la machine. Les défauts dus à cette variation de vitesse sont visibles sur les soudures (voir le chapitre 3). La décroissance de la vitesse est due aux effets combinés de la force des rouleaux de pression et de la température, pour une vitesse donnée. Par ailleurs, il est probable qu'une variation de la vitesse, même minime, apparaît toujours dans le cas des soudures « surchauffées ».
3. C'est au niveau des rouleaux de pression que sont observées les plus importantes variations. En effet, la force varie continuellement, certainement à cause de la disposition de la géomembrane adjacente. La variation est de l'ordre de 50N et de valeur inférieure à celle fixée initialement. Tout d'abord, la force diminue significativement au début du soudage, puisque le réglage de la force s'effectue alors que l'élément chauffant n'est pas entre les feuilles. Lorsque l'élément chauffant est placé pour le soudage, la surface des géomembranes fond : la force imposée par les rouleaux est ensuite diminuée puisqu'elle s'applique sur un matériau dont une partie est à l'état fondu (voir la section 2.4.2). La force appliquée agit sur le polymère fondu, dont une partie est éjectée à l'extérieur de la soudure. Pendant le soudage, on peut noter une variation de l'ordre de 20 à 30N, d'après le dispositif de contrôle de la machine.



4. L'observation pendant le soudage montre que la conception de l'élément chauffant permet un contact total entre les surfaces de l'élément et les feuilles.
5. Une fine rayure apparaît parfois parallèlement à la ligne de soudage, sur la feuille supérieure. Elle est causée par le plateau supérieur de contrôle des feuilles, qui guide la feuille contre l'élément chauffant. Cette ligne n'est observée qu'à côté de la soudure 'gauche' (par rapport au canal central, lorsque l'on se place suivant la direction de soudage), c'est-à-dire du côté où se trouve la majeure partie de la machine de soudage.

Pour conclure, les valeurs des paramètres de soudage évoluent en fonction du temps. Cela semble surtout dû au mouvement de la machine. S'il n'y avait pas déplacement de la machine le long des feuilles à souder, il est probable qu'aucune variation des conditions de soudage ne serait enregistrée.

Ainsi, on peut penser que l'utilisation sur site doit être assez délicate pour conserver les conditions fixées. La préparation du site et le placement des feuilles sont très importants pour éviter les variations des conditions de soudage et ainsi obtenir un soudage convenable. Sur site, les « vagues » sur les géomembranes à proximité des soudures sont peut-être une conséquence de conditions de soudage variables, lorsqu'elles ne sont pas attribuables à un mauvais positionnement des feuilles.

## CHAPITRE 3. L'ÉVALUATION DES SOUDURES

### 3.1. Introduction

Le Tableau 3.1 décrit la méthodologie effectuée pour l'analyse des soudures : l'évaluation visuelle et l'essai de pelage. Les essais mécaniques à long terme, tels les essais de fissuration sous charge constante, n'ont pu être mis en œuvre. De même, il n'a pas été possible de procéder à une analyse physique du polymère de la soudure, les épaisseurs de polymère fondu étant trop fines pour le dispositif de prélèvement disponible. C'est pourquoi des essais thermiques sur la géomembrane ont été proposés afin d'approcher le cycle de température induit par le soudage (Cf. Chapitre IV).

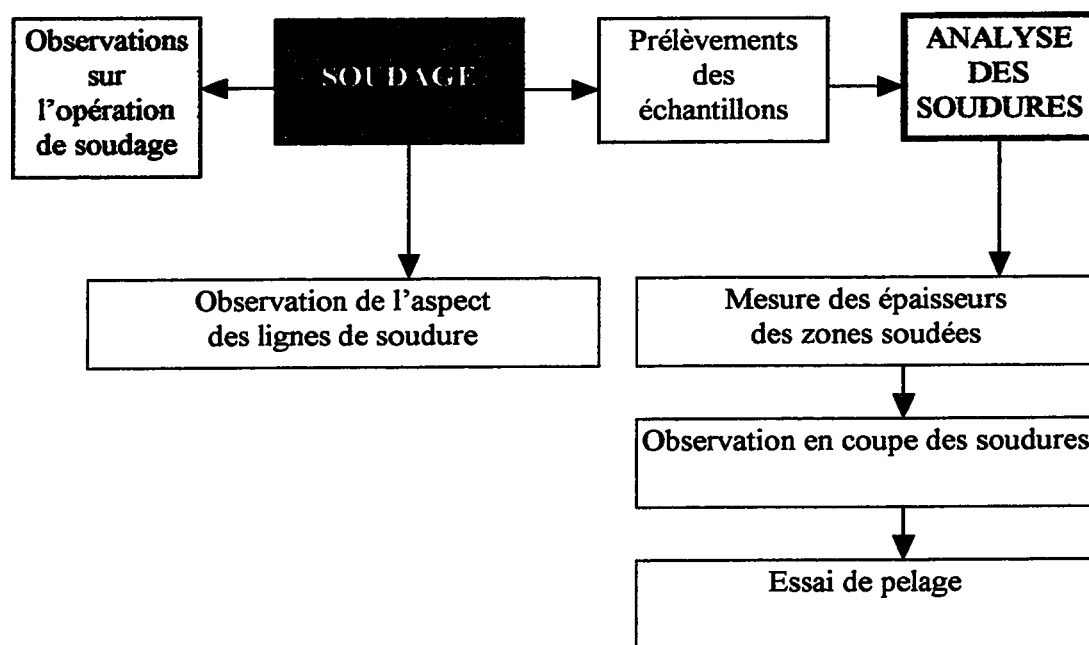


Tableau 3.1. Évaluation des soudures

### 3.2. Description des soudures

Toutes les soudures doubles par fusion des géomembranes présentent des caractéristiques communes. Celles-ci sont schématisées à la Figure 3.1. Les soudures peuvent être décrites (Thomas et Allen, 1997) en terme de zone jointe (*seamed area*), zone fondue (*molten area*), largeur de la soudure (*track width*), canal d'air (*air channel*), perle de soudage (*squeeze-out bead*) présente dans le canal et en dehors de la zone jointe.

Dans notre cas, nous avons aussi identifié chaque soudure de la double soudure, en les définissant par les termes 'gauche' et 'droite' suivant leur position par rapport au canal d'air et en fonction de la direction de soudage (Cf. Figure 3.2).

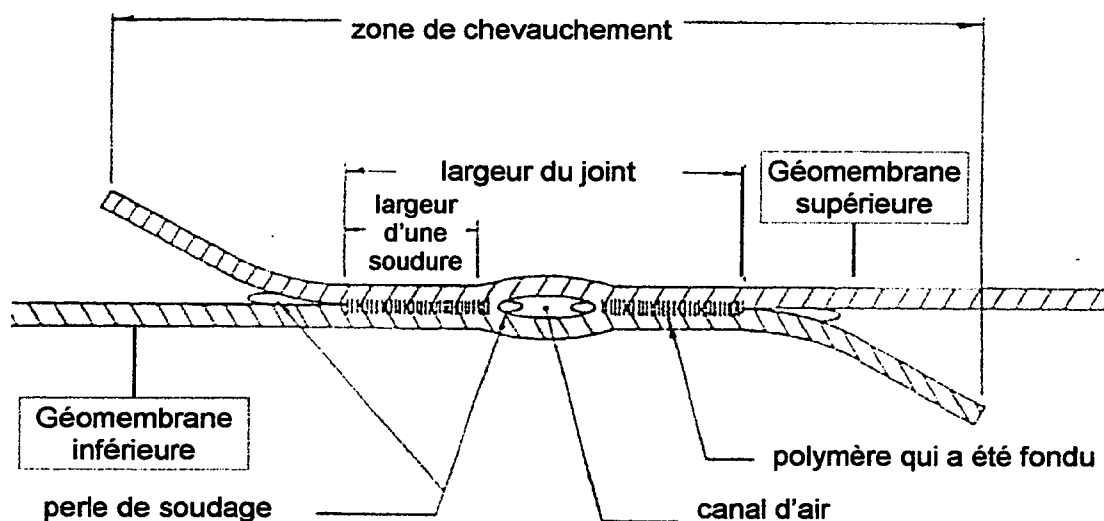


Figure 3.1. Section en coupe d'une double soudure par fusion  
(double track fusion weld) d'après Thomas et Allen, 1997

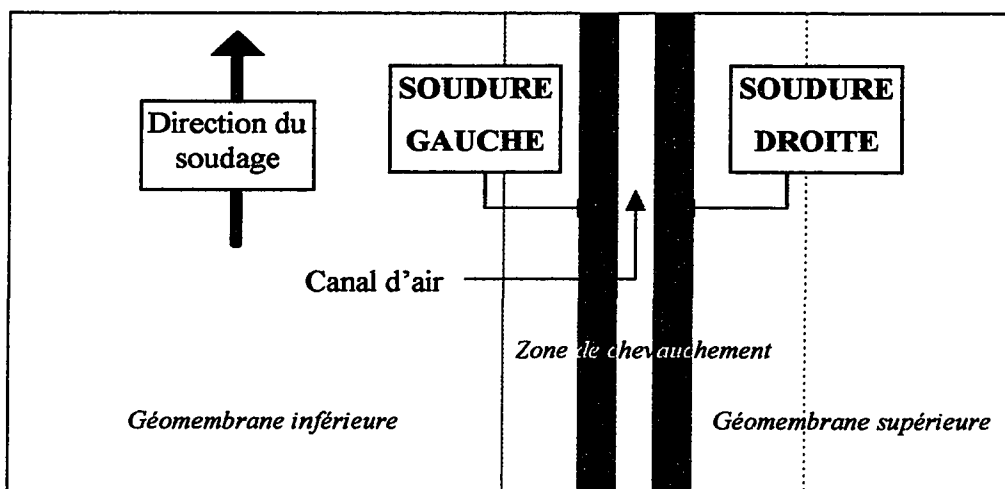


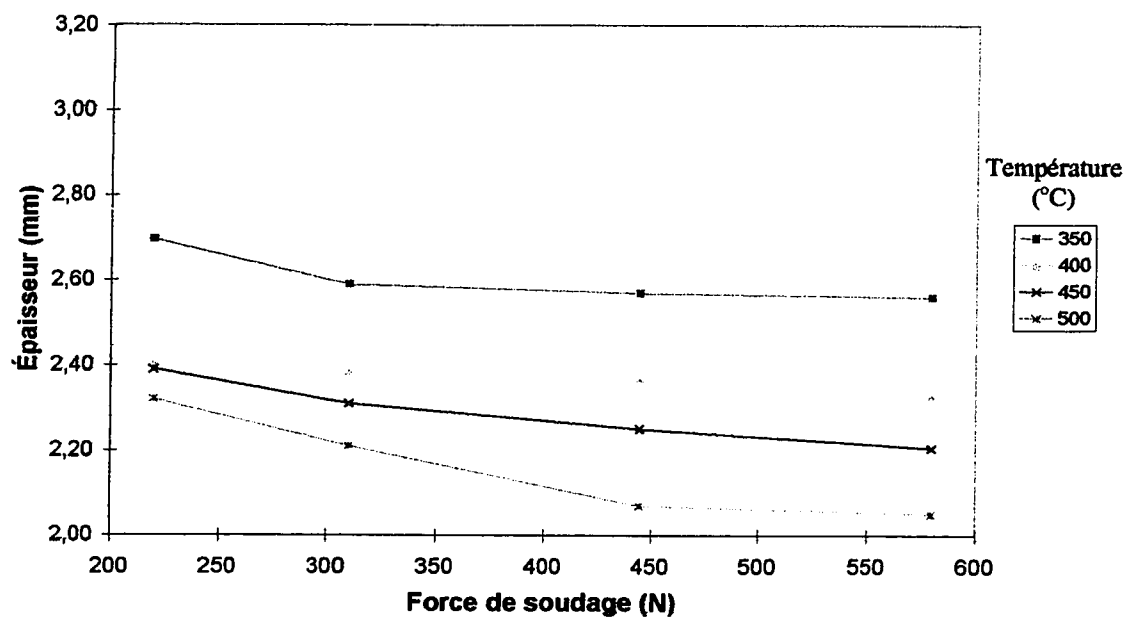
Figure 3.2. Définition de la double soudure

Sur toutes les soudures réalisées, l'épaisseur des zones jointes (au niveau de la soudure) a été mesurée. Les Figures 3.3 à 3.6 montrent bien que pour une vitesse de soudage déterminée, le choix de la température et de la force a pour effet de faire varier la compression de la matière fondue, mais surtout la quantité de polymère évacué hors de la zone soudée. Plus l'épaisseur est faible, plus la quantité de matière de la perle de soudage est élevée, ce qui a pour effet de diminuer la largeur du canal d'air central. Pour une vitesse donnée, le paramètre qui influence le plus la quantité de matière évacuée est la température. Plus la température de soudage est élevée, plus la quantité de polymère accumulée derrière l'élément chauffant devient importante. Quand cette matière accumulée parvient au niveau des rouleaux de pression, elle est principalement poussée en dehors de la soudure, dans le canal d'air ou à l'extérieur de la zone soudée. D'après Struve (1998), le rôle de perle est très importante dans le comportement à long terme du joint. Les tests de fluage sur les soudures,

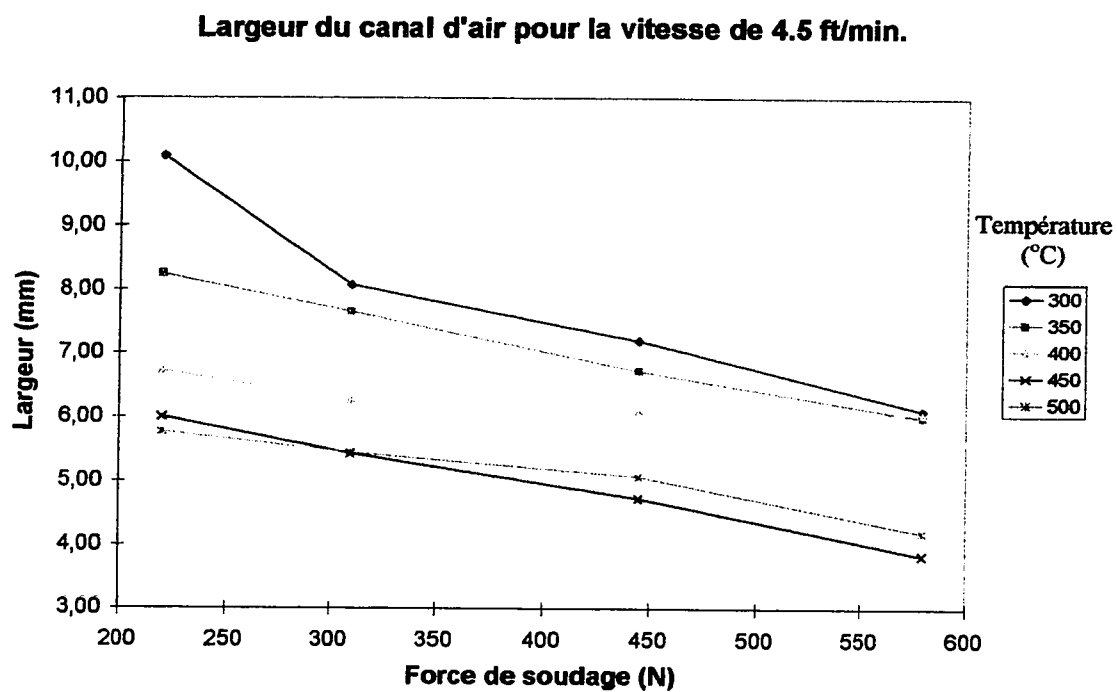
dans des conditions accélérées (milieu d'attaque, températures plus élevées que la température ambiante), montrent que les fissures sont créées environ deux fois plus vite à l'extrémité de la perle de soudage qu'au bord de la soudure (Cf. Figure 1.2). Il semble que les propriétés de la géomembrane adjacente sont affectées lorsque la perle de soudage est collée à celle-ci. Lorsque les feuilles sont sous tension, les contraintes maximales sont situées dans le voisinage de la soudure. Si la géomembrane adjacente est fragilisée à cause de la perle de soudage, une fissure se développera plus facilement au niveau de la zone de contact entre la perle et la géomembrane adjacente, que directement en bordure de la soudure. L'étude de Thomas et al. (1993) montre le comportement de fissuration sous contrainte de géomembranes texturées, qui sont fabriquées par l'addition d'un extrudat sur une géomembrane lisse, obtenue par extrusion gonflage, au cours d'un second procédé. Pour ces géomembranes texturées, les fissures apparaissent sur la surface des spécimens, localisées au niveau de la matière ajoutée pour texturer, avec des durées aux essais de stress-cracking très faibles. Ainsi, il a été conclu qu'un haut degré de contrainte était localisé au niveau de la matière texturante lorsque celle-ci adhérait vraiment bien.

Thomas (1998) montre que les essais sous charge constante à 80°C, adaptés de l'essai du BAM (Müller, 1992) sur les soudures par fusion produisent préférentiellement des ruptures sur la feuille supérieure au niveau du sommet de la perle.

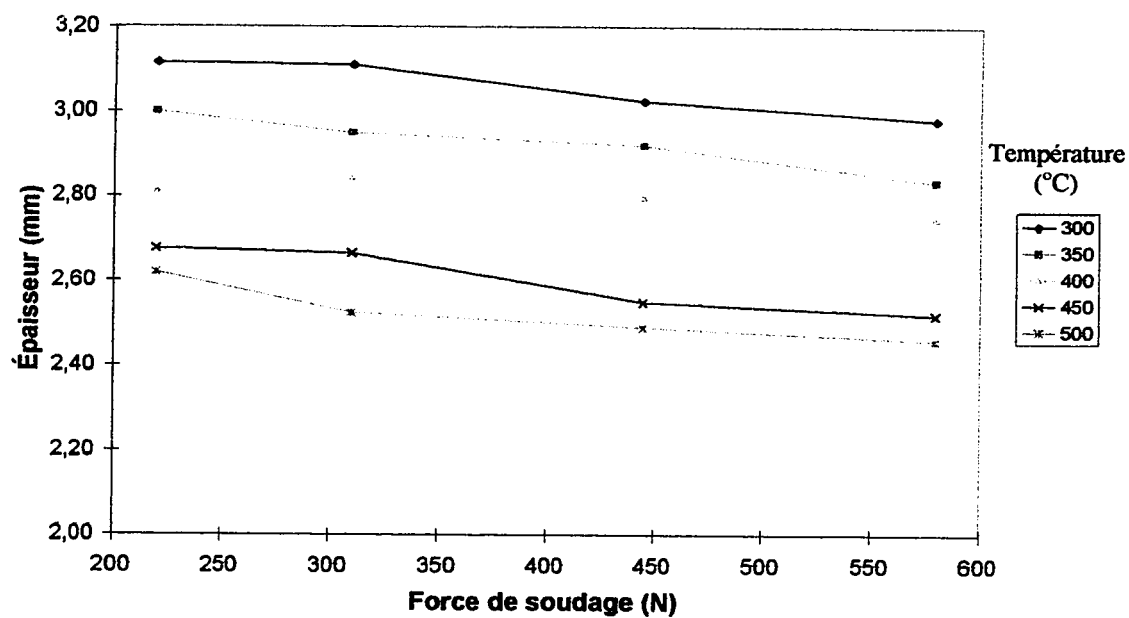
Ainsi, une soudure convenable doit combiner une épaisseur suffisante de matière fondue, pour permettre un enchevêtrement adéquat des chaînes macromoléculaires des deux pièces soudées, avec une absence de perle de soudage ou du moins avec une perle de soudage qui n'adhère pas à la surface de la géomembrane adjacente.

**Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 4,5 ft/min.**

*Figure 3.3.1. Épaisseur de la zone soudée  
pour la vitesse de 4.5ft/min.*

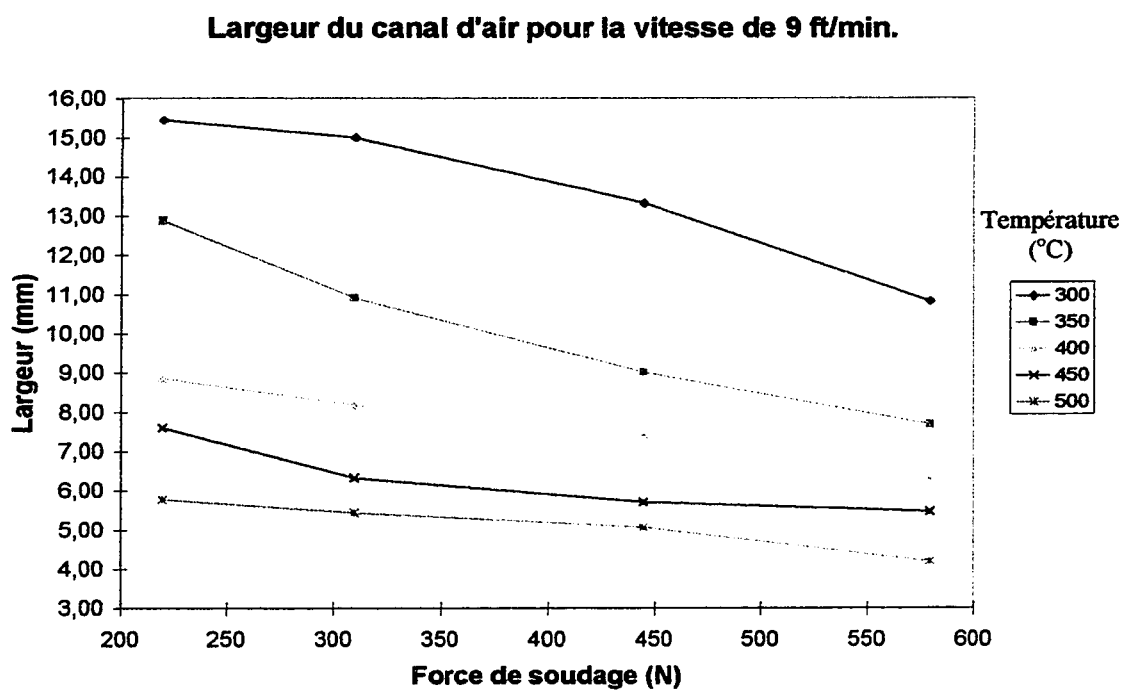


*Figure 3.3.2. Largeur du canal d'air  
pour la vitesse de 4.5ft/min.*

**Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 9 ft/min.**

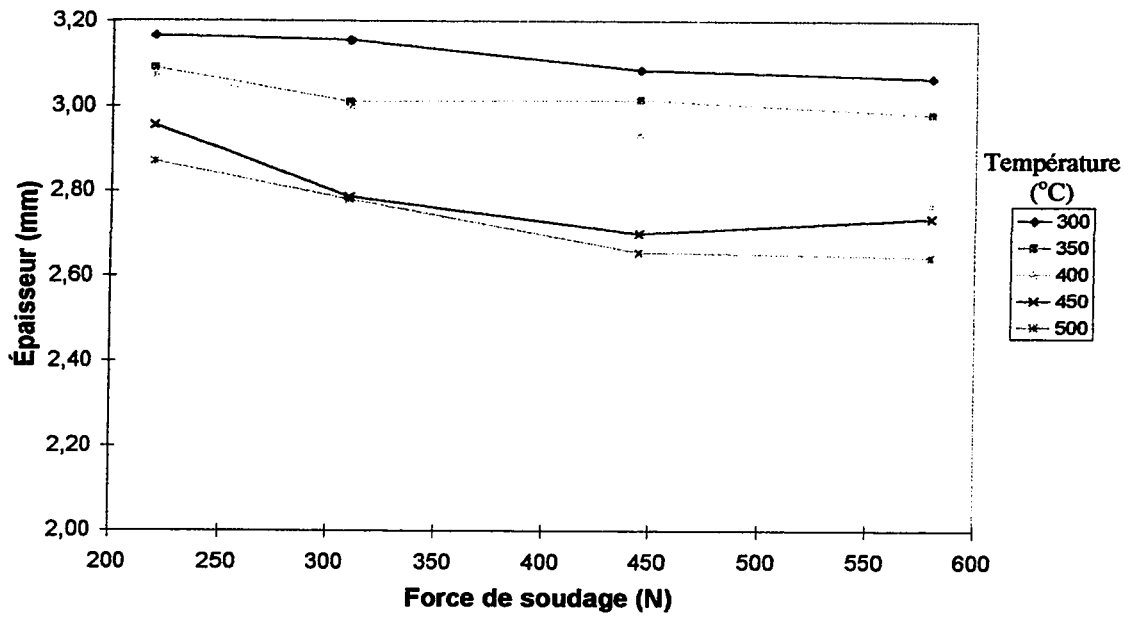
*Figure 3.4.1. Épaisseur de la zone soudée  
pour la vitesse de 9 ft/min.*



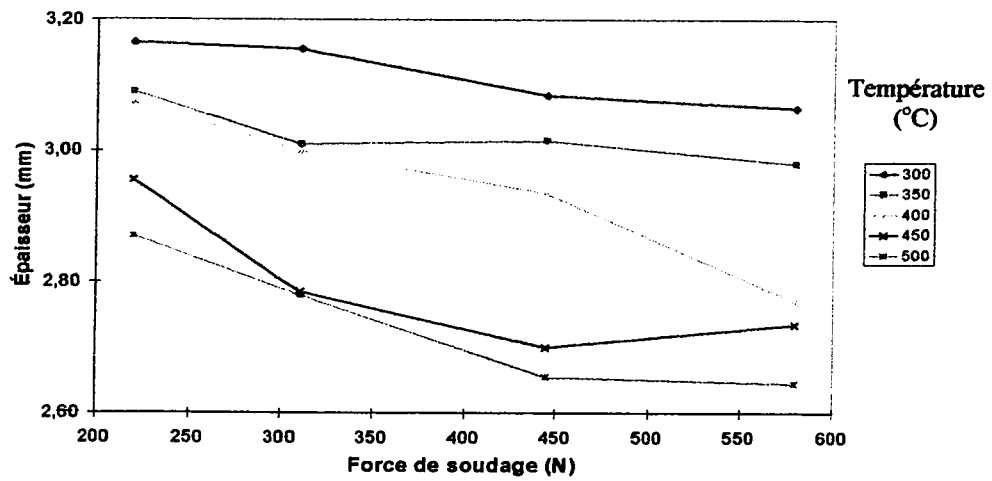


*Figure 3.4.2. Largeur du canal d'air  
pour la vitesse de 9ft/min.*

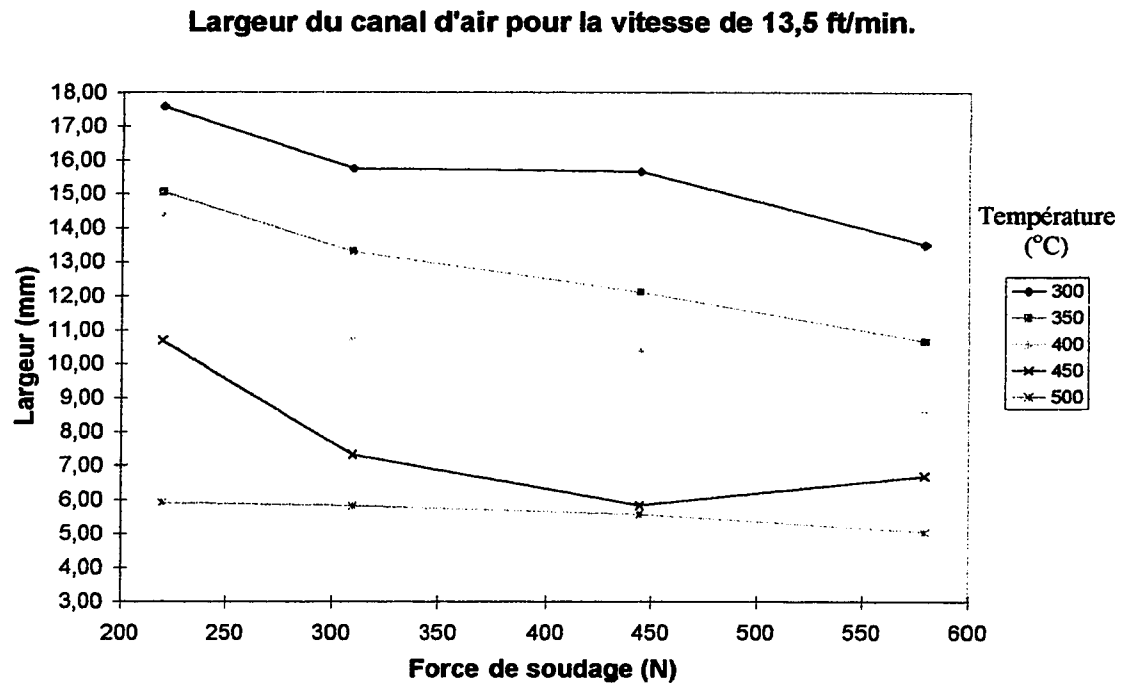
**Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 13.5 ft/min.**



**Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 13.5 ft/min.**

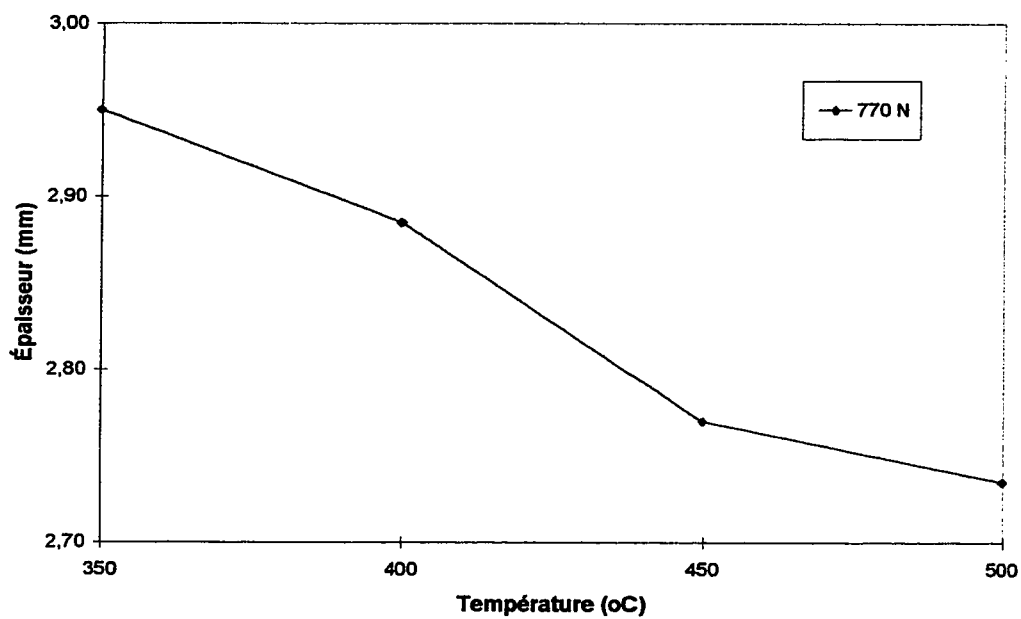


*Figure 3.5.1. Épaisseur de la zone soudée  
pour la vitesse de 13.5ft/min.*



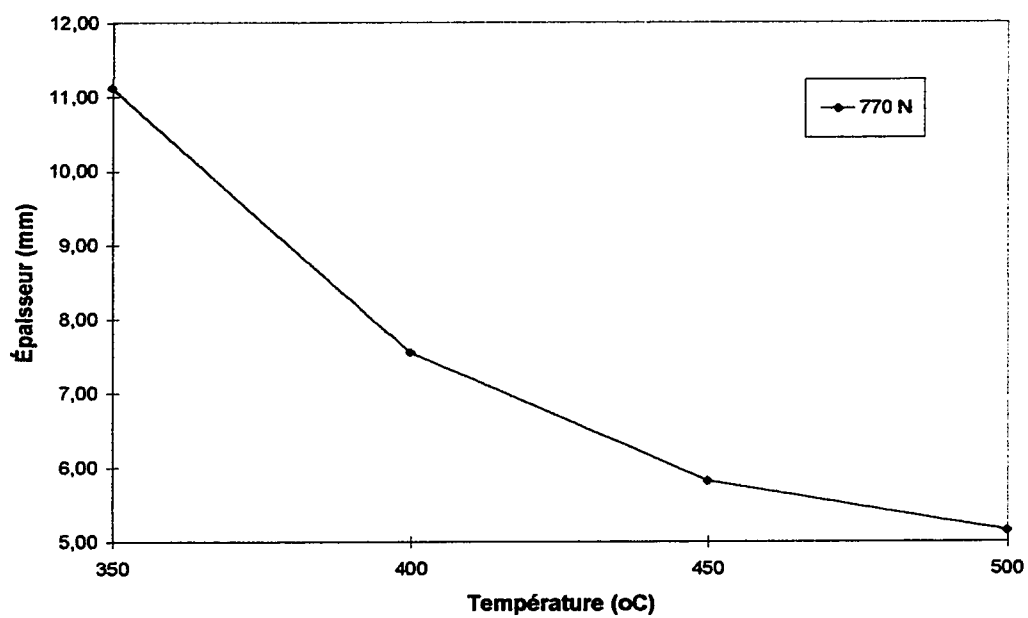
*Figure 3.5.2. Largeur du canal d'air  
pour la vitesse de 13.5ft/min.*

**Épaisseur de la zone soudée, pour la vitesse de 20 ft/min.**



*Figure 3.6.1. Épaisseur de la zone soudée pour la vitesse de 20ft/min. (force de 770N)*

**Largeur du canal d'air, pour la vitesse de 20 ft/min.**



*Figure 3.6.2. Largeur du canal d'air  
pour la vitesse de 20ft/min. (force de 770N)*

### 3.3. Évaluation visuelle des joints

A l'œil nu, les soudures obtenues présentent de grandes différences lorsqu'on étudie les sections droites ou les lignes de soudures. Les observations visuelles offrent de façon simple des informations valables sur la qualité des soudures.

#### 3.3.1. Observation de l'aspect extérieur des lignes de soudure

Les soudures dont la surface extérieure présente constamment des ondulations (*ripples*) ou des marques profondes des rouleaux de pression doivent être certainement de faible qualité. Le polymère a été surchauffé, de sorte que la profondeur de soudage est trop importante, ou bien surpressé par des forces trop élevées. Les photographies des Figures 3.7 à 3.10 présentent les différentes lignes de soudure observées. Cependant, des soudures ayant un aspect extérieur tout à fait convenable peuvent constituer un assemblage de qualité médiocre si de la matière surchauffée est entrée en contact avec la géomembrane adjacente. Logiquement, on pouvait penser que le choix d'une faible température de soudage associée à de faibles force et vitesse aurait pour conséquence la production d'une soudure avec de minimales variations de la structure du polymère et de la forme de la feuille (faible quantité de perle). Mais, en pratique, les conditions avec de faibles force et vitesse conduisent à des soudures ondulées, du fait du mouvement de la machine de soudage.

L'écoulement de la matière fondue lorsque les feuilles passent entre les rouleaux de force est assez complexe : une partie de la matière fondue ne passe pas entre les rouleaux, forme un bourrelet avant d'être finalement écrasée par les rouleaux. Ce mécanisme d'écoulement est peut sembler similaire à celui observé au cours du calandrage, lors de la production d'un bourrelet de calandrage dans l'entrefer entre les derniers cylindres de la calandre. Si c'est le cas, les théories proposées pour le calandrage pourraient être adaptées afin de modéliser

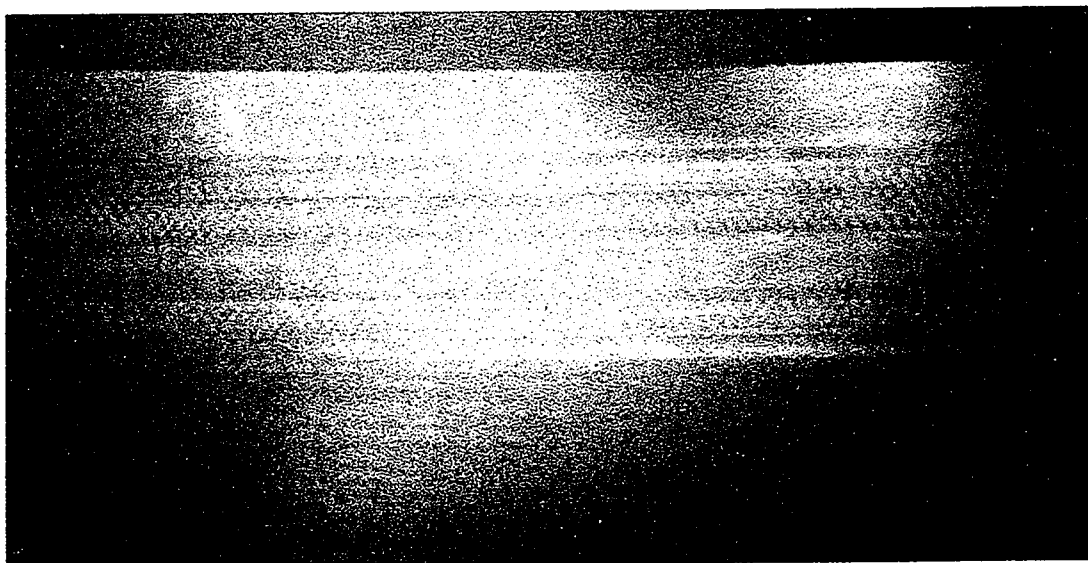
l'écoulement du polymère entre le passage de l'élément chauffant et des rouleaux de force, et aider à expliquer la formation de la perle de soudage.

Ainsi, l'observation visuelle peut être un moyen d'éliminer des conditions de soudage parmi celles exécutables par la machine, si on se réfère à l'hypothèse qu'une surface extérieure de la ligne de soudure perturbée est l'image d'une soudure de médiocre qualité (Cf. Figure 3.11, les vitesses sont exprimées en pied/minute (ft/min.), unités de la machine, les températures en degré Celsius (°C), les forces en newton (N)). Le Tableau 3.2 présente une classification possible des soudures suivant leur aspect extérieur. Excepté celui présenté à la dernière ligne, qui est directement lié au fonctionnement de la machine, les autres défauts observés sont occasionnés par des conditions de soudage inappropriées. Parmi celles-ci, certaines ne sont pas valables pour le design de la machine utilisée. Par exemple, la vitesse de la machine est donnée par les rouleaux de force : si la machine est ralentie par l'action des rouleaux de pression, de la matière s'accumule en avant des rouleaux de force. Par ailleurs, la matière fondue est plus importante et est portée à température plus élevée au niveau de l'élément chauffant. Ainsi, la quantité de matière accumulée en arrière de l'élément chauffant et en avant des rouleaux de pression devient plus importante, ce qui a pour conséquence de diminuer encore plus la vitesse. Aussi, les conditions de soudage éliminées dans notre étude ne donneraient pas nécessairement des soudures défectueuses pour une autre machine. Enfin, on peut prévoir que les types de défauts observés peuvent varier suivant la machine de soudage.

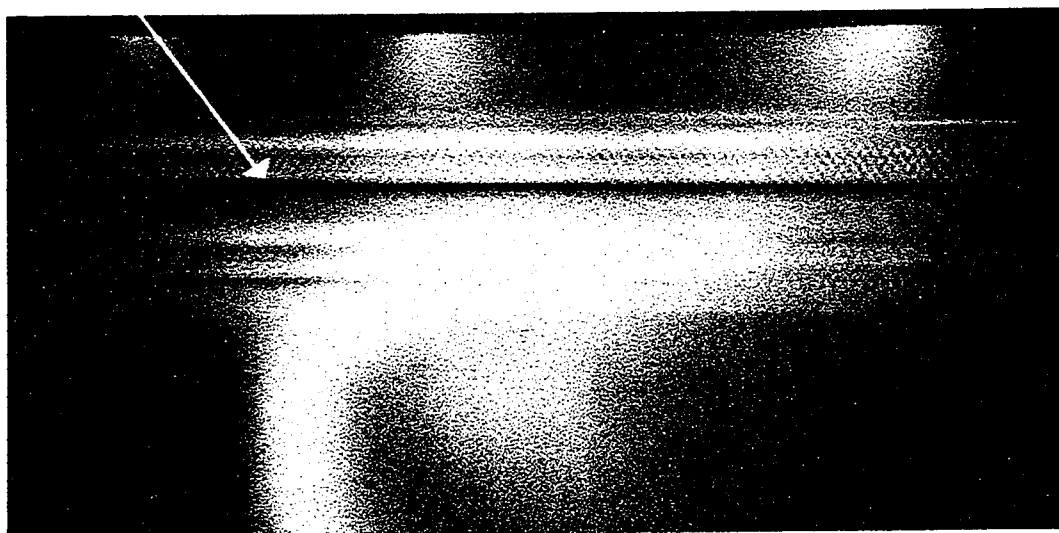
Observations	Qualité probable de la soudure.	Causes possibles des défauts observés.	Illustrations
Bon aspect	Incertitude sur la qualité.	Pas de défaut de surface.	Figure 3.7
Fortes marques des roues dentelées des rouleaux de force	Incertitude sur la qualité.	Force des rouleaux trop importante Phénomène variable suivant le matériau.	
Ligne de soudure renforcée et fortes marques des roues dentelées	Faible. La matière fondue a tendance à produire la perle de soudage.	Force des rouleaux trop importante et température assez élevée.	Figure 3.8
Les fraîles forment des vagues après soudage	Variable.		
Déformation ponctuelle le long de la soudure	Faible. La soudure n'est pas homogène, car la machine a parfois des difficultés à avancer.	Vitesse varie le long de la soudure. Soit la force est insuffisante pour écraser la matière fondue accumulée, soit il y a eu un mauvais démarrage du soudage.	Figure 3.9
Ondulations dans la ligne de soudure	Faible. La soudure n'est pas homogène et le polyéthylène est surchauffé. Perle de soudage importante.	Les conditions de soudage sont inadéquates. Température trop élevée pour la vitesse et la pression considérées	Figure 3.10 Défaut le plus souvent constaté. À noter que la forme et dimension des ondulations varient d'une condition de soudage à l'autre.
Rayure fine plus ou moins profonde le long de la soudure	Incertitude sur la qualité.	Les plateaux de contrôle des feuilles (Cf. Figure 2.20) sont bloqués ou les feuilles à souder sont mal disposées.	

Tableau 3.2. Classification proposée pour l'aspect des soudures





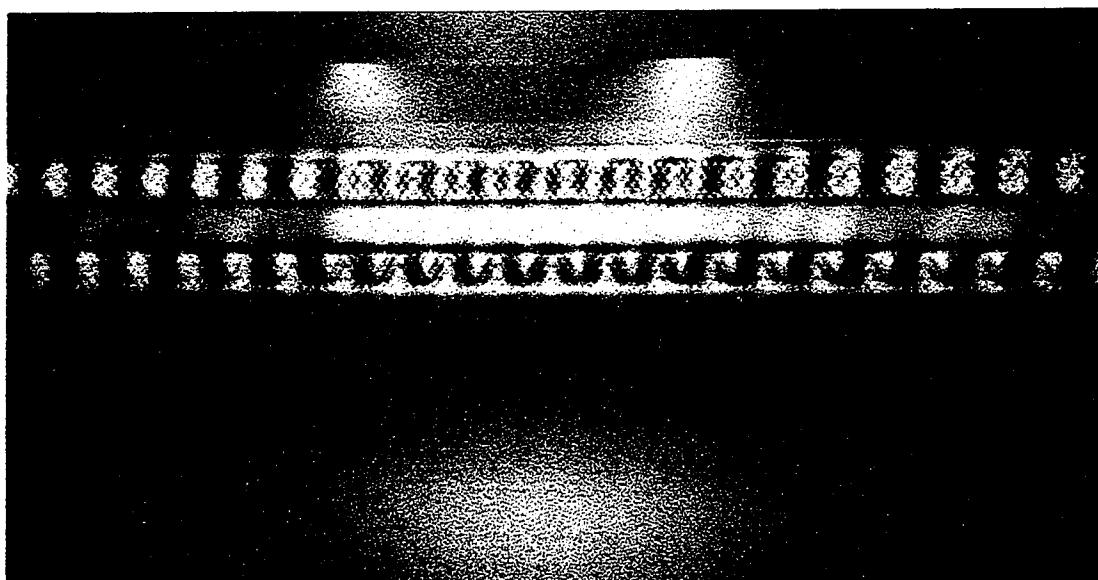
*Figure 3.7. Exemple d'un bon aspect de la ligne de soudure*



*Figure 3.8. Exemple d'une ligne de soudure sur-pressée*



*Figure 3.9. Exemple d'une ligne de soudure où la vitesse de soudage n'est pas stabilisée*



*Figure 3.10. Exemple d'une ligne de soudure surchauffée (ondulations)*

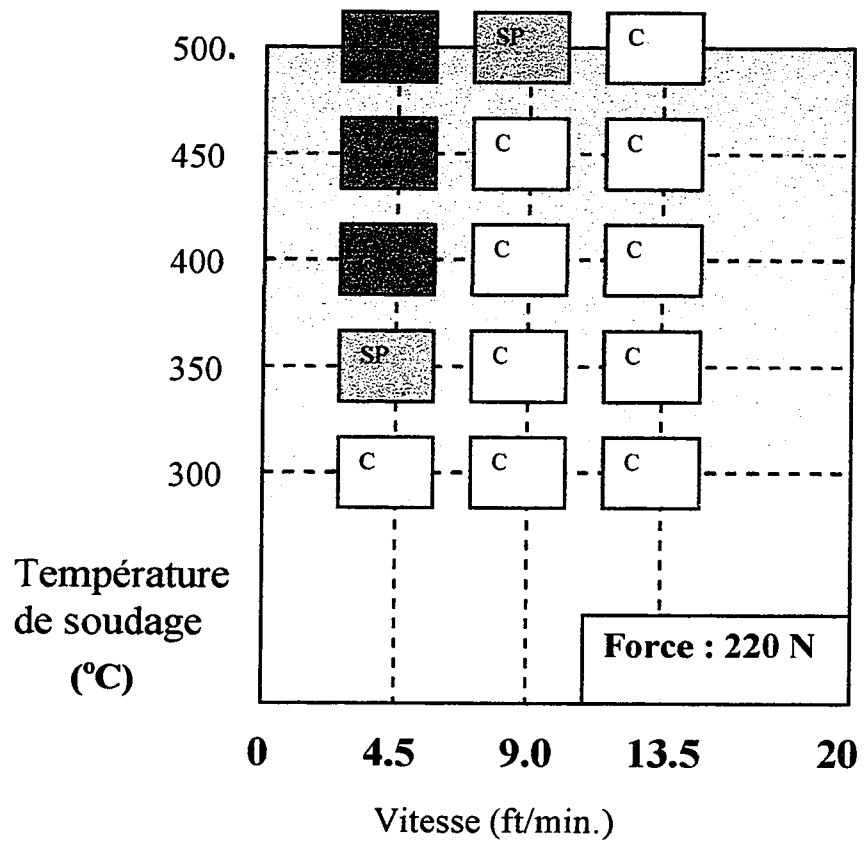


Figure 3.11.1. Aspect de la ligne de soudure pour la force 220N

C : convenable, SP : sur-pressée, D : défaut

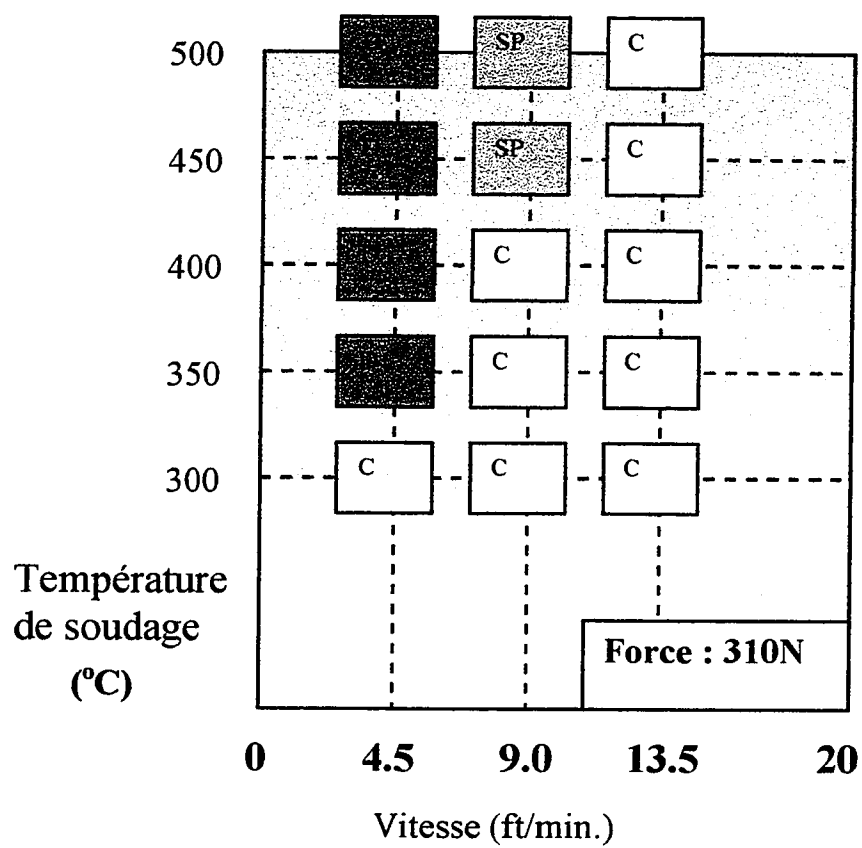


Figure 3.11.2. Aspect de la ligne de soudure pour la force 310N

C : convenable, SP : sur-pressée, D : défaut

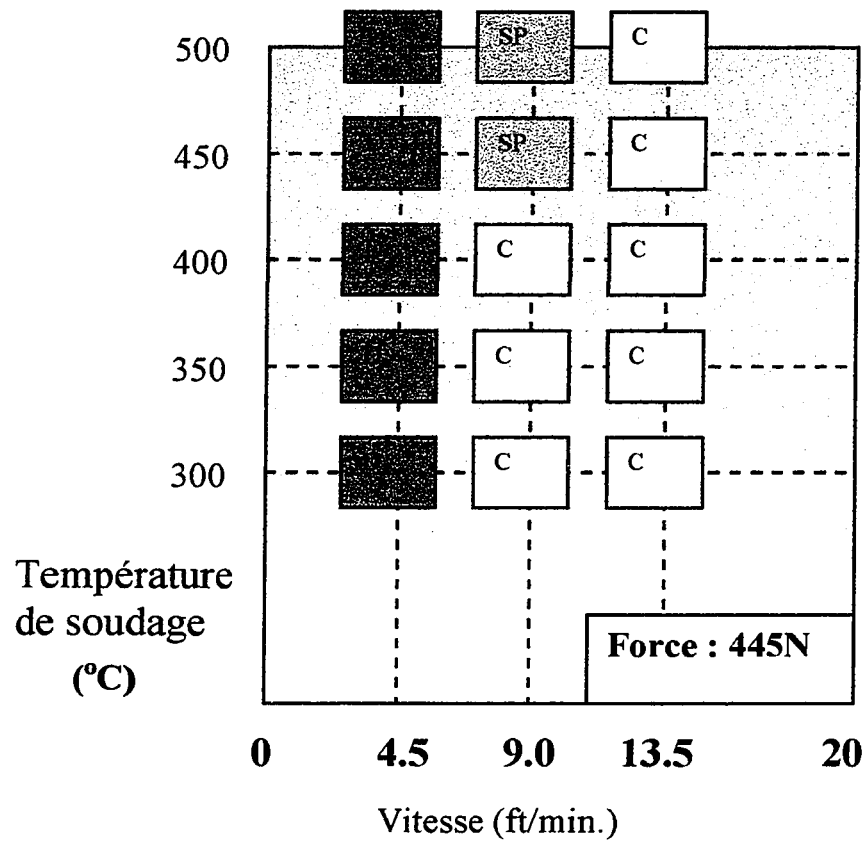


Figure 3.11.3. Aspect de la ligne de soudure pour la force 445N

C : convenable, SP : sur-pressée, D : défaut

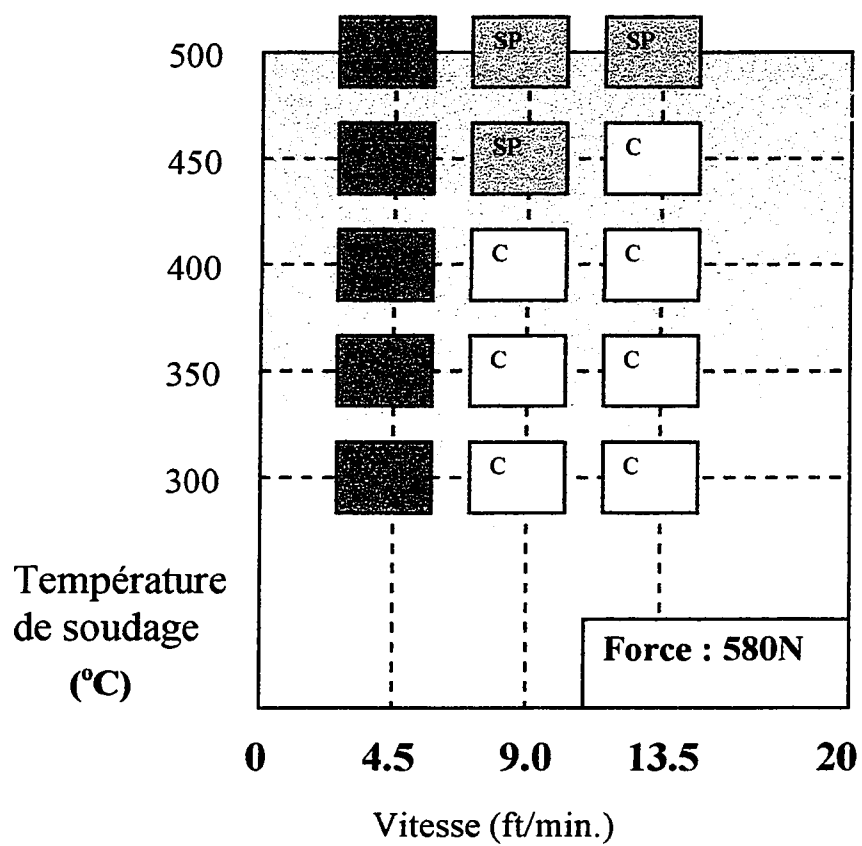
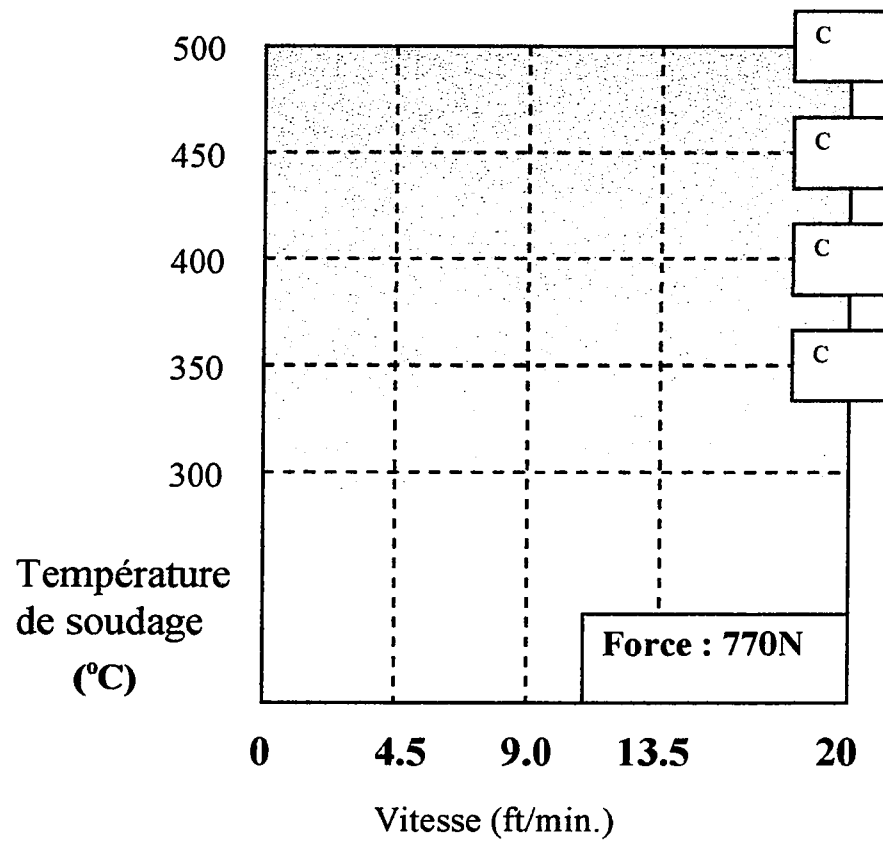


Figure 3.11.4. Aspect de la ligne de soudure pour la force 580N

C : convenable, SP : sur-pressée, D : défaut



*Figure 3.11.5. Aspect de la ligne de soudure pour la force 770N*

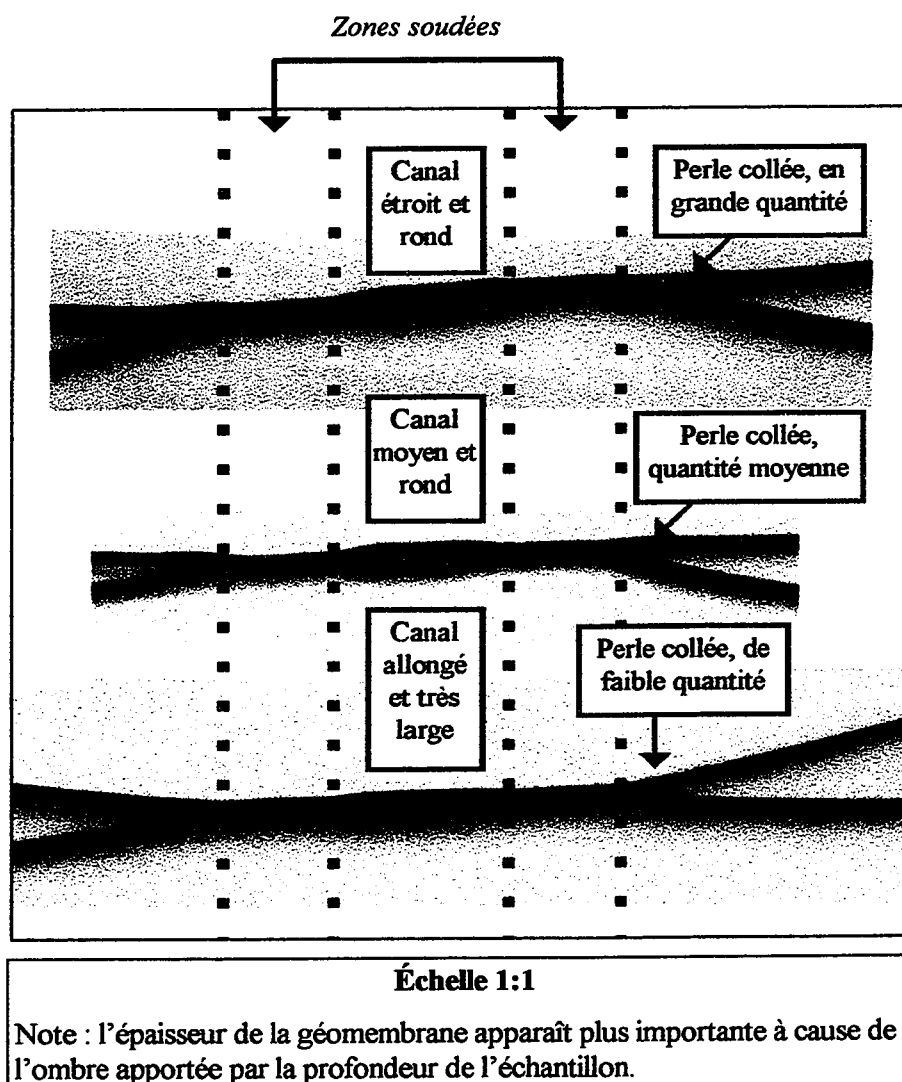
*C : convenable, SP : sur-pressée , D : défaut*

### 3.3.2. Observation en coupe des soudures

Pour toutes les géomembranes présentant une ligne de soudage convenable, l'observation des sections droites est préférable. Cependant, dans la plupart des cas, il semble que la perle de soudage adhère à la géomembrane adjacente. Cette adhésion est certainement différente d'une condition de soudage à une autre, mais cela n'est pas observable sur les sections droites, dont l'aspect est pourtant différent selon les conditions du soudage (Cf. Figure 3.12). En effet, la forme générale, les dimensions du canal et de la perle de soudage sont très variables d'un échantillon à un autre. Dans certains cas, la perle de soudage semble quasi-inexistante, lorsqu'elle donne l'impression de faire partie de la soudure.

La Figure 3.13 présente le comportement de la perle de soudage, collée ou non collée après le refroidissement de la soudure. Excepté la plus faible température de soudage, la perle de soudage apparaît dans bien des cas collée à la géomembrane adjacente. Les soudures dont on peut décoller la perle à la main sont qualifiées du caractère 'faiblement collé' (LS).





*Figure 3.12. Photographies de sections droites d'échantillons soudés, issues de plusieurs conditions de soudage*

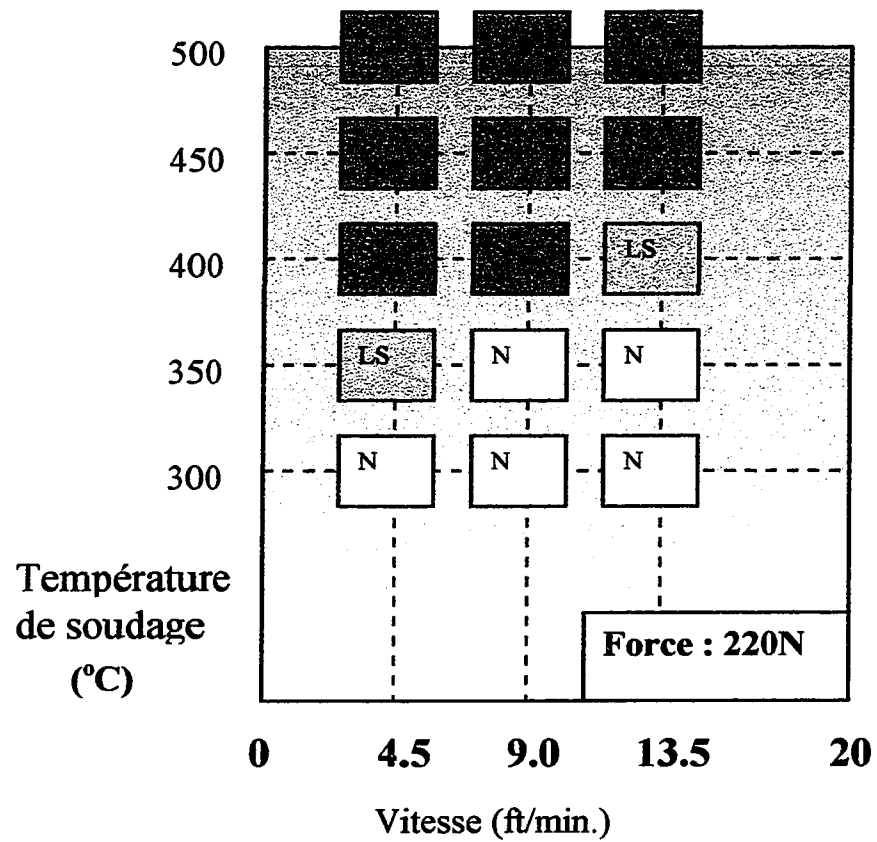


Figure 3.13.1. État de la perle de soudage d'après les sections droites

S : collée, LS : faiblement collée, N : non collée

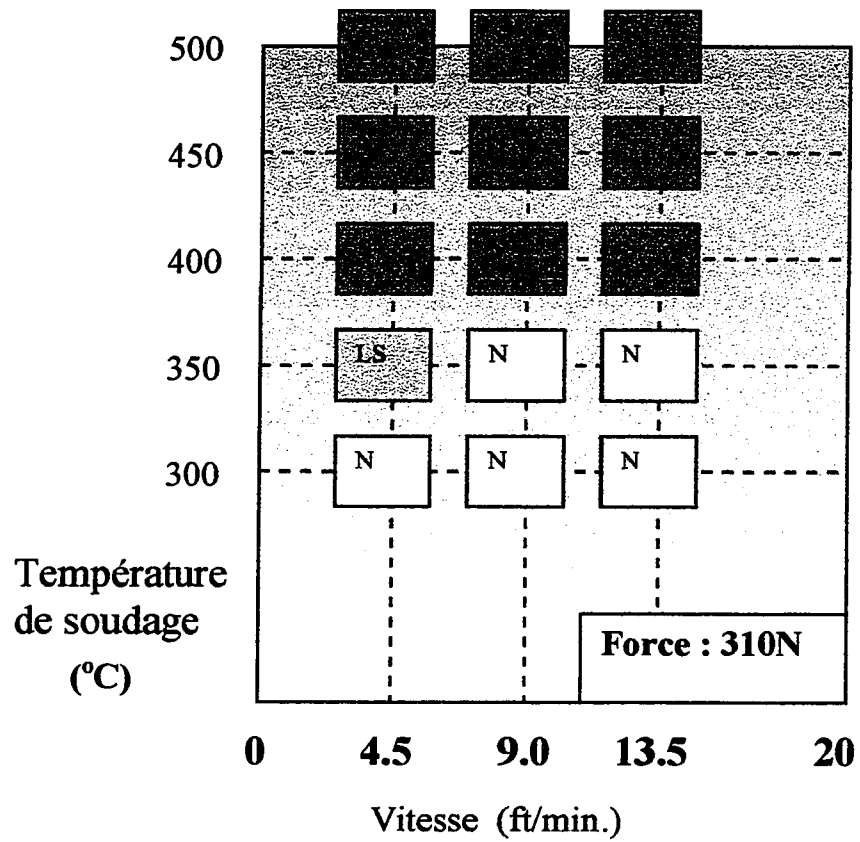


Figure 3.13.2. État de la perle de soudage d'après les sections droites

S : collée, LS : faiblement collée, N : non collée

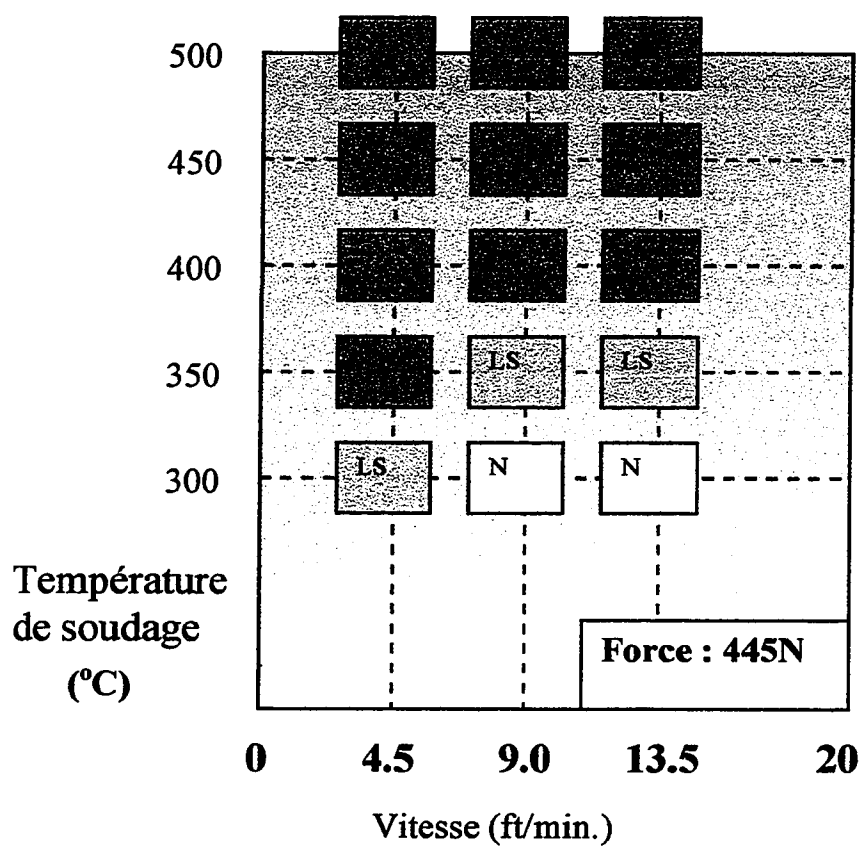


Figure 3.13.3. État de la perle de soudage d'après les sections droites

S : collée, LS : faiblement collée, N : non collée

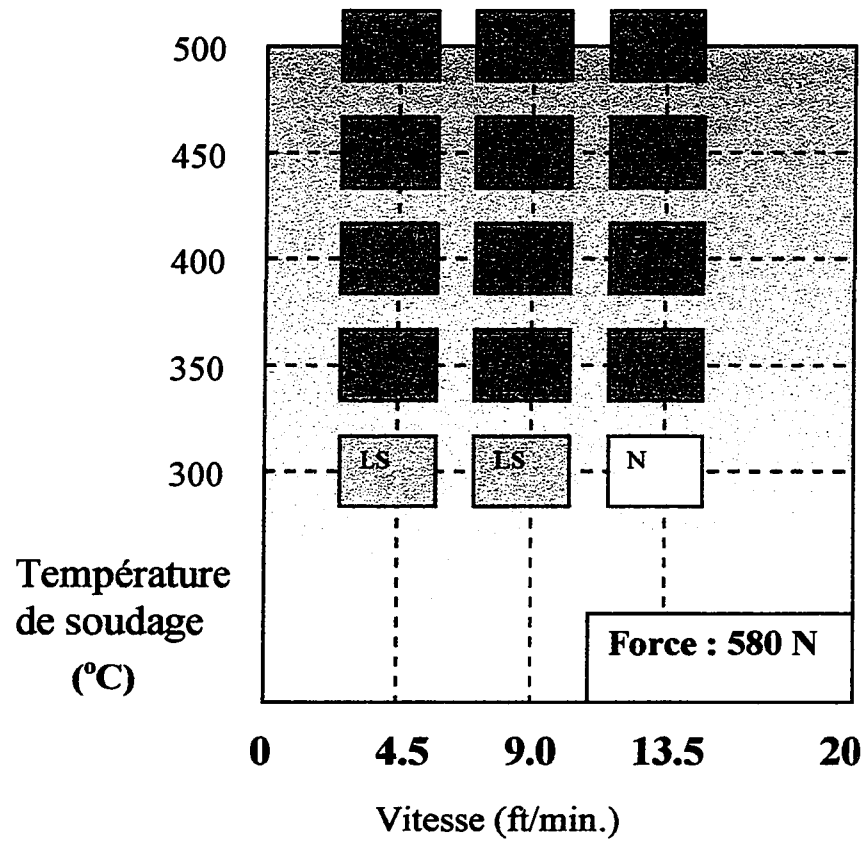


Figure 3.13.4. État de la perle de soudage d'après les sections droites

S : collée, LS : faiblement collée, N : non collée

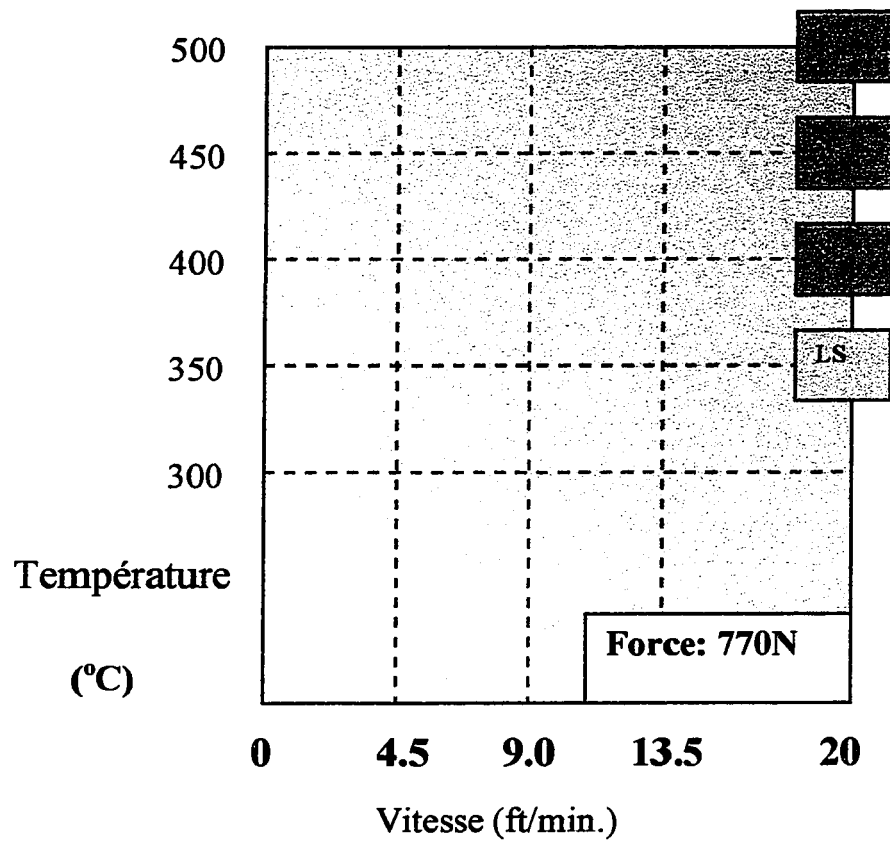


Figure 3.13.5. État de la perle de soudage d'après les sections droites

S : collée, LS : faiblement collée, N : non collée

### 3.3.3. Conclusion

Avec cette première caractérisation, de nombreuses conditions ne sont pas recommandées pour obtenir des soudures d'aspect extérieur convenable. On peut ainsi mettre en évidence des conditions de soudage conduisant à des soudures surchauffées. En particulier, la plus faible vitesse (4.5 ft/min.) et la plus haute température (500°C) donnent des soudures surchauffées ou sur-pressées. La perle de soudage est présente pour presque toutes les conditions, exceptée pour les plus faibles température et force. La forme et les dimensions de la perle sont évidemment différentes selon les conditions de soudage. Il semble nécessaire d'établir au mieux une relation entre les caractéristiques de la perle (qui dépendent des conditions de soudage et du design de la machine) et la 'qualité' du joint, ou bien de trouver un moyen d'éviter la création de la perle de soudage. Par ailleurs, si la perle de soudage est si préjudiciable à la durabilité de la soudure, le design de la machine doit être amélioré afin d'enlever la perle de soudage. Rappelons que cette perle est formée principalement par le polymère qui s'accumule derrière l'élément chauffant. Pratiquement nulle au début du soudage, cette quantité de matière augmente avant d'atteindre une valeur presque stationnaire. C'est pourquoi l'amélioration doit être principalement apportée au design de l'élément chauffant, de façon à empêcher cette accumulation de polymère.

Pour continuer l'évaluation des joints, la partie suivante porte sur l'analyse de la qualité de la soudure par l'essai de pelage, qui permet initialement de différencier les joints 'bien' soudés de ceux juste collés.

### 3.4. L'essai de pelage

#### 3.4.1. Introduction

Durant l'installation d'une couche d'étanchéité, une étape importante est la vérification des soudures, juste après le soudage. Celles-ci doivent être continues, c'est-à-dire ne pas permettre le passage de liquide, mais aussi elles doivent être capables de transférer les forces de tension de feuille en feuille. Les géomembranes sont conventionnellement évaluées, en testant 5 spécimens en cisaillement, pour lesquels on applique une tension à travers la soudure, et 5 spécimens en pelage à 180°, pour lesquels on applique une tension entre les deux extrémités d'un côté d'une soudure. Dans cette étude, l'essai de pelage est effectué pour évaluer la qualité de la soudure en terme de 'soudage' ou 'non soudage' (c'est-à-dire lorsque les géomembranes sont juste collées, sans véritablement enchevêtrement des macromolécules des deux feuilles). De plus, en prenant en compte que les différentes conditions de soudage conduisent évidemment à des qualités variables de soudures, notre but est aussi de clarifier l'information donnée par l'essai de pelage pour qualifier les soudures et voir s'il permet de différencier les conditions de soudage.

#### 3.4.2. Échantillonnage et conditions de l'essai

Les spécimens du pelage ont été prélevés de manière aléatoire le long de la soudure (environ 3m pour chaque condition de soudage). L'essai de pelage (ASTM D4437, D413) a été effectué pour les 64 conditions de soudage, en prélevant 5 spécimens par condition. Chacune des soudures de la double soudure a été testée. Les spécimens ont toujours été placés de la même façon dans les mâchoires de la machine de traction : le plus petit morceau



dans la mâchoire supérieure mobile et le plus grand dans la mâchoire inférieure. La vitesse de la traverse mobile est de 50mm/min.

Les spécifications d'un joint typique doivent répondre à une force de pelage minimale, qui doit être supérieure à 60% (Giroud et Peggs, 1990), 62% (EPA, 1993) 70% (Struve, 1993) ou 80% (valeur habituellement conseillée) de la limite élastique obtenue avec la géomembrane vierge par l'essai de traction. À noter que ces valeurs (60, 80%...) ont toujours été contestées, en sous-entendant que la force maximale atteinte par la soudure doit être égale à la limite d'élasticité de la géomembrane initiale.

Cependant, à défaut d'être réellement justifiables, ces valeurs minimales de force peuvent servir de critères.

Pendant l'essai de pelage, les valeurs de force maximale, déplacement (de la traverse mobile) et allongement à la rupture ont été enregistrées. Les courbes Force versus Déplacement ont toutes été tracées par la suite. En plus de ces résultats, une attention particulière a été portée sur les caractéristiques de la rupture, i.e. allongement ou non (apparence peu ductile ou déchirement) de la feuille adjacente et position de la rupture.

### 3.4.3. Résultats

Le Tableau 3.3 récapitule les mesures effectuées et la pertinence et validité de celles-ci.

#### 3.4.3.1. Résultats classiques

Seulement deux conditions de soudage ont été classées "non FTB" (Cf. section 2.2.1). Pour celles-ci, les joints se séparaient le long de l'adhésion entre les feuilles, sans rupture. Ces conditions sont 580N, 300°C, 13.5 ft/min. et 770N, 350°C, 13.5 ft/min. (Cf. Figure 3.15). Une force élevée associée à une faible température et une vitesse assez importante ne conduit pas au soudage, ce qui peut sembler cohérent : la faible température empêche d'obtenir une profondeur fondue suffisante tandis que la forte pression envoie une part importante de matière fondue en dehors de la soudure.

Néanmoins, toutes les autres conditions de soudage ont été classées "FTB", comme "SE-1", i.e. la rupture apparaît en bordure du joint, ou quelques fois "AD-BRK", i.e. la rupture se propage dans la géomembrane adjacente, après un déchirement au niveau de la zone soudée (Cf. Figure 3.14). Pourtant, ces soudures ne sont pas identiques.

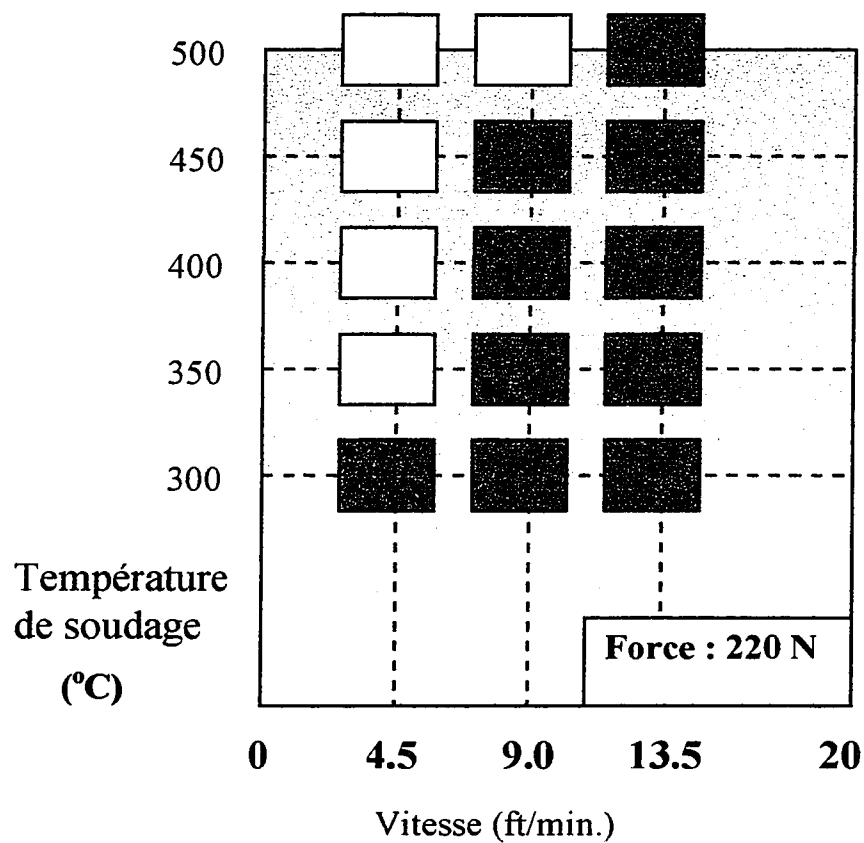
Paramètres mesurés	Analyse	Intérêt
Force maximale	Correspond généralement à la limite d'élasticité, cependant peut être la force à la rupture pour certains spécimens présentant une importante striction. Au lieu de considérer la force maximale, il serait préférable de prendre seulement la force à la limite d'élasticité. Permet de comparer avec la géomembrane initiale (mais cette comparaison est-elle pertinente ?).	Oui
Déplacement initial Déplacement maximal Allongement initial Allongement maximal Striction	Pas de résultat valable dans les conditions d'essai actuelles : la géométrie de la soudure (présence de perle) entraîne une disposition variable de l'éprouvette de pelage entre les mors de la machine de traction. Lorsque la perle est collée, ces valeurs augmentent et on obtient généralement un ou plusieurs sous-pics de force avant la limite d'élasticité, correspondant au décollement de la perle.	Non
Déplacement à la rupture Type de rupture Striction Allongement à la rupture Striction	Pas de résultat valable dans les conditions d'essai actuelles. Mêmes raisons que précédemment. De plus, lorsqu'une striction se développe, elle peut commencer de part et d'autre de la soudure. Le type de rupture est assez variable d'une éprouvette à l'autre et dépend fortement de l'initiation de la fissure. Souvent, elle s'apparente à une déchirure, de sorte que les paramètres mesurés ne correspondent pas à ceux des essais standards de traction (par exemple, ASTM D638)	Non
Classification de rupture Type de rupture Striction Allongement à la rupture Striction	Toutes les ruptures sont ductiles, à des degrés variables. Les conditions d'essai ne permettent pas d'obtenir de ruptures fragiles.	Non
Classification de pelage	Résultat principal du pelage dans sa définition actuelle. Permet de séparer les 'bonnes' soudures (interpénétration des feuilles convenable) et les 'mauvaises' soudures (adhésion insuffisante).	Oui
Classification de pelage Allongement Striction Allongement	La mesure directe des allongements sur les spécimens devrait être intéressante. Cependant, les éprouvettes utilisées ne sont pas adéquates pour ce type de mesure. D'autre part, le développement de la striction peut paraître aléatoire et doit dépendre de la position de la soudure dans le spécimen (l'angle par rapport à la direction de traction est variable, l'angle entre la direction machine d'extrusion et la direction de traction aussi).	Oui
Striction	Idée intéressante (décollement ou non de la perle, sa position après la rupture), mais pas de résultats concluants pendant ces essais.	?

Tableau 3.3. Pertinence des paramètres mesurés au pelage

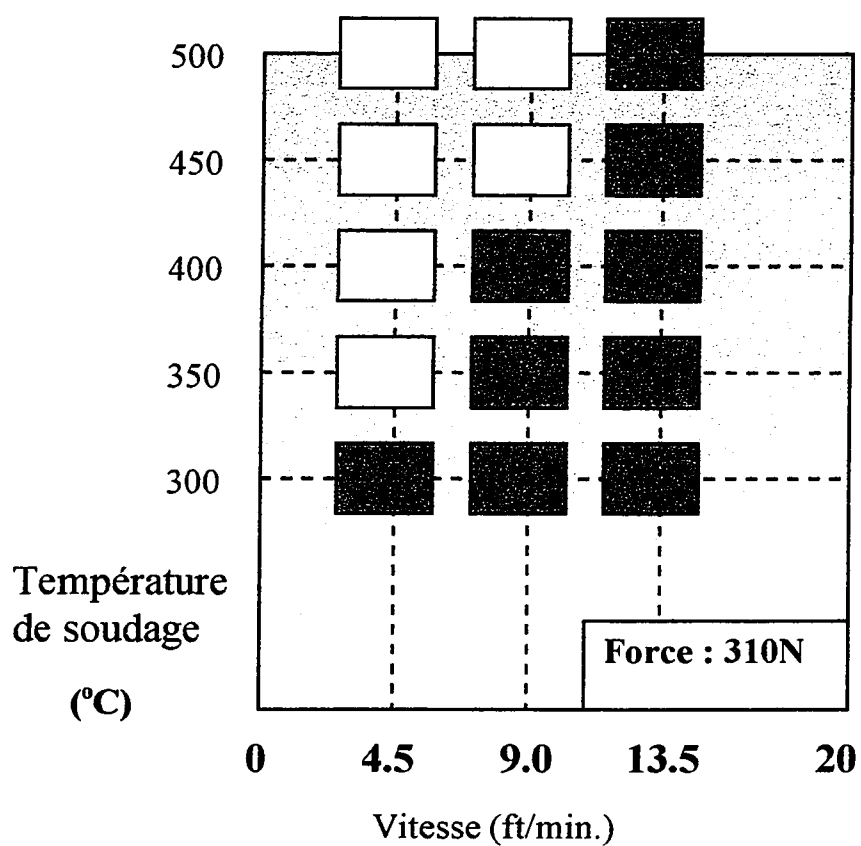
TYPE DE RUPTURE	CODE	DESCRIPTION DE LA RUPTURE	CLASSIFICATION <sup>a</sup>
	AD	DECOLLEMENT	NON-FTB
	BRK	BRIS DANS LA FEUILLE (PEUT ETRE SITUE DANS LA FEUILLE INFERIEURE OU SUPERIEURE)	FTB
	SE1	BRIS DANS LA FEUILLE AU BORD DE LA SOUDURE (PEUT ETRE SITUE DANS LA FEUILLE INFERIEURE OU SUPERIEURE)	FTB
	SE2	BRIS AU BORD DE LA SOUDURE A TRAVERS LES DEUX FEUILLES A LA FOIS	FTB
	AD-BRK	BRIS DANS LA FEUILLE APRES DECOLLEMENT PARTIEL (PEUT ETRE SITUE DANS LA FEUILLE INFERIEURE OU SUPERIEURE)	FTB

<sup>a</sup>FTB="FILM-TEAR BOND." (RUPTURE DANS LA FEUILLE)

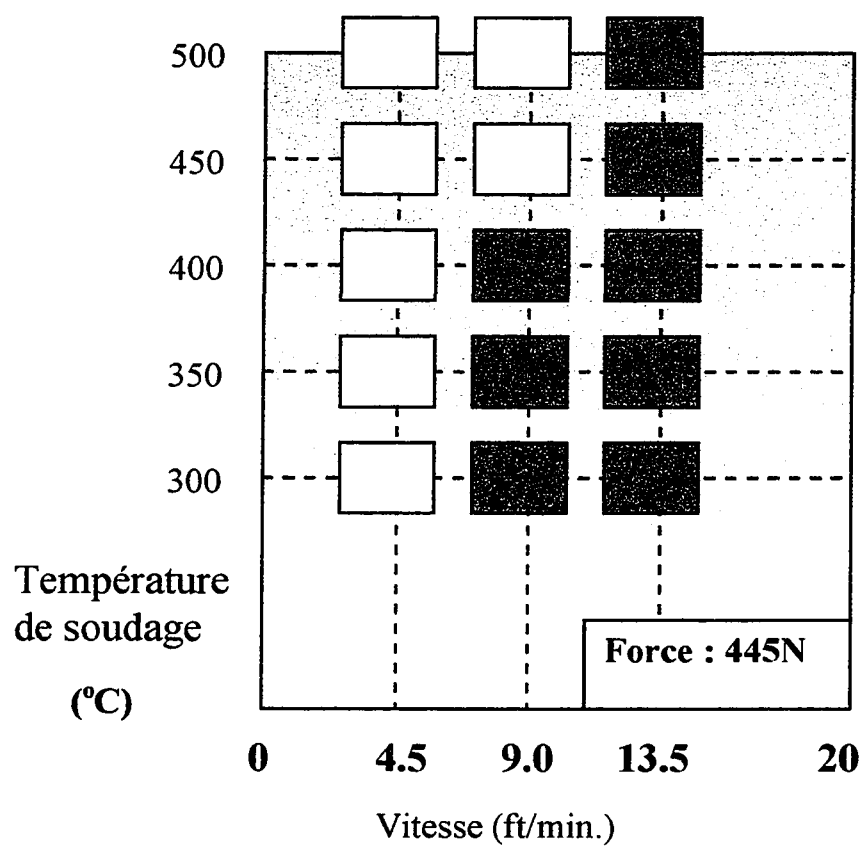
Figure 3.14. Les types de ruptures, suivant la classification FTB



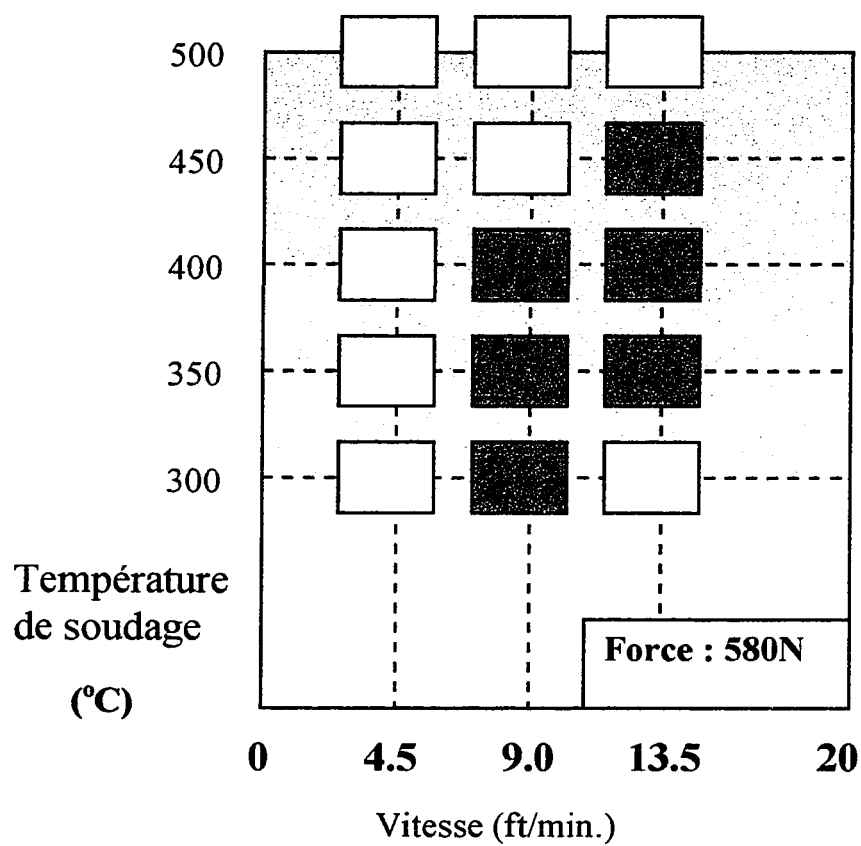
*Figure 3.15.1. Évaluation des soudures*  
*(visuelle et par le critère 'FTB' de l'essai de pelage)*  
**Cases grises : conditions qui semblent convenables**



*Figure 3.15.2. Évaluation des soudures*  
*(visuelle et par le critère 'FTB' de l'essai de pelage)*  
**Cases grises : conditions qui semblent convenables**

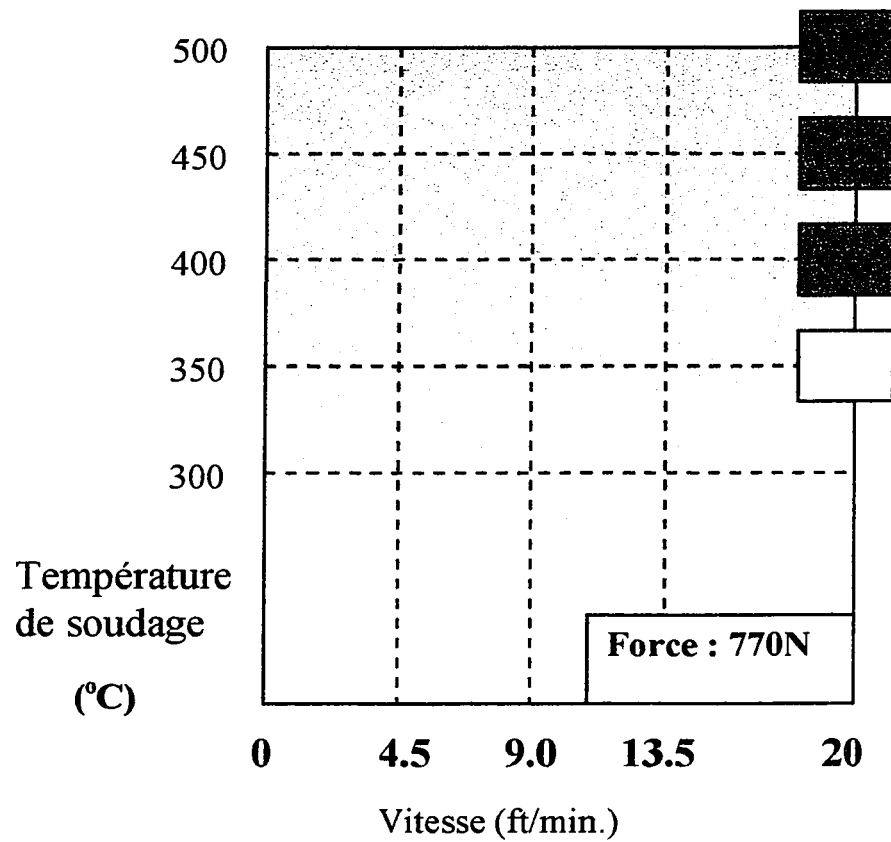


*Figure 3.15.3. Évaluation des soudures*  
*(visuelle et par le critère 'FTB' de l'essai de pelage)*  
**Cases grises : conditions qui semblent convenables**



*Figure 3.15.4. Évaluation des soudures*  
*(visuelle et par le critère 'FTB' de l'essai de pelage)*  
**Cases grises : conditions qui semblent convenables**





*Figure 3.15.5. Évaluation des soudures*  
*(visuelle et par le critère 'FTB' de l'essai de pelage)*  
**Cases grises : conditions qui semblent convenables**

### 3.4.3.2. Valeurs de force maximale

La force de la géomembrane est insuffisante pour permettre de mesurer la force réelle de la soudure au pelage. Cependant, on peut penser que les valeurs de force peuvent être mises en relation avec le comportement de la géomembrane adjacente. La rupture vient juste après la limite d'élasticité, sauf dans les cas où une striction se développe. Les résultats globaux sont présentés au Tableau 3.4 et les valeurs des forces et les coefficients de variation pour chaque condition de soudage respectivement aux Figures 3.16 et 3.17.

La force moyenne est de 23.26 kN/m (coefficient de variation de 4.32%) pour la soudure 'droite', tandis qu'elle est de 23.55 kN/m (coefficient de variation de 5.17%) pour la soudure 'gauche'. Les forces de la double soudure sont équivalentes, et les soudures 'Non-FTB' ne présentent pas des différences significatives de force. De plus, aucune relation ne peut être obtenue entre les valeurs des forces et les conditions de soudage : la force du pelage ne permet pas de différencier les conditions de soudage.

	Minimum	Moyenne	Maximum
Force de l'essai de pelage	18.4kN/m	23.4kN/m	27.3kN/m
L.T. D638, Limite d'élasticité suivant l'essai de la norme ASTM D638	—	31.0kN/m	
L.T. PE1, Limite d'élasticité pour une traction sur des spécimens de dimensions identiques à celles du pelage		29.5kN/m	
% Force de pelage - L.T. D638	59.5%	75.5%	88.0%
% Force de pelage - L.T. PE1	62.4%	79.2%	92.3%

*Tableau 3.4. Comparaison de la force maximale au pelage  
avec la limite d'élasticité de la géomembrane initiale*

Les valeurs d'allongement ne fournissent pas d'information sur la déformation des spécimens : la façon de placer l'éprouvette de pelage dans la machine de traction est particulièrement dépendante de la perle de soudage et de la résistance de celle-ci. Ainsi, les courbes montrent parfois la force de la perle de soudage, sous la forme d'un premier pic avant la limite élastique et la rupture souvent conséquente. Pour observer les différences d'allongement, il est préférable d'analyser les spécimens après rupture (voir la section suivante). Mais, les principales différences entre les allongements et les sortes de ruptures sont certainement causées par des géométries différentes des spécimens. En effet, la découpe des spécimens rectangulaires utilisés au pelage (1 pouce sur 8 pouces) n'est pas toujours identique d'une soudure à l'autre, de sorte que la soudure est rarement idéalement perpendiculaire au grand axe de l'échantillon (direction de la traction), et la disposition du spécimen dans la machine de traction (flexion, etc.) peut elle aussi être variable. Ainsi, l'effort de traction se trouve appliqué localement et la rupture commence au bord de la soudure.

S'il existe des comportements variables de la feuille adjacente en fonction des conditions de soudage, l'essai de pelage est trop imprécis pour les révéler.

Par rapport à la géomembrane vierge, la moyenne de la force maximale correspond à 80% de la force maximale obtenue lorsqu'on utilise des spécimens dont les dimensions sont celles des éprouvettes de pelage et la même vitesse d'essai, ou 75% de la limite d'élasticité en utilisant les conditions normalisées de l'ASTM D638. La force minimale est 18.4 kN/m (à savoir, respectivement, 62.4% ou 59.5% de la valeur maximale de la géomembrane vierge) et la force maximale est 27.3 kN/m (respectivement 92.3% ou 88.0% de la valeur maximale de la géomembrane vierge).

Bien que les valeurs limites des forces soient assez éloignées, il n'est pas possible d'établir de relation entre les valeurs des forces maximales au pelage et les conditions de soudage. Il semble difficile d'éliminer les conditions ayant de faibles forces au pelage, car celles-ci sont

distribuées aléatoirement parmi l'ensemble des conditions. Sur la Figure 4.3, les valeurs de la force de pelage inférieures à 21.5kN/m sont soulignées. On constate que les valeurs les plus faibles (inférieures à 21.5kN/m) sont obtenues pour les forces des rouleaux les plus élevées.

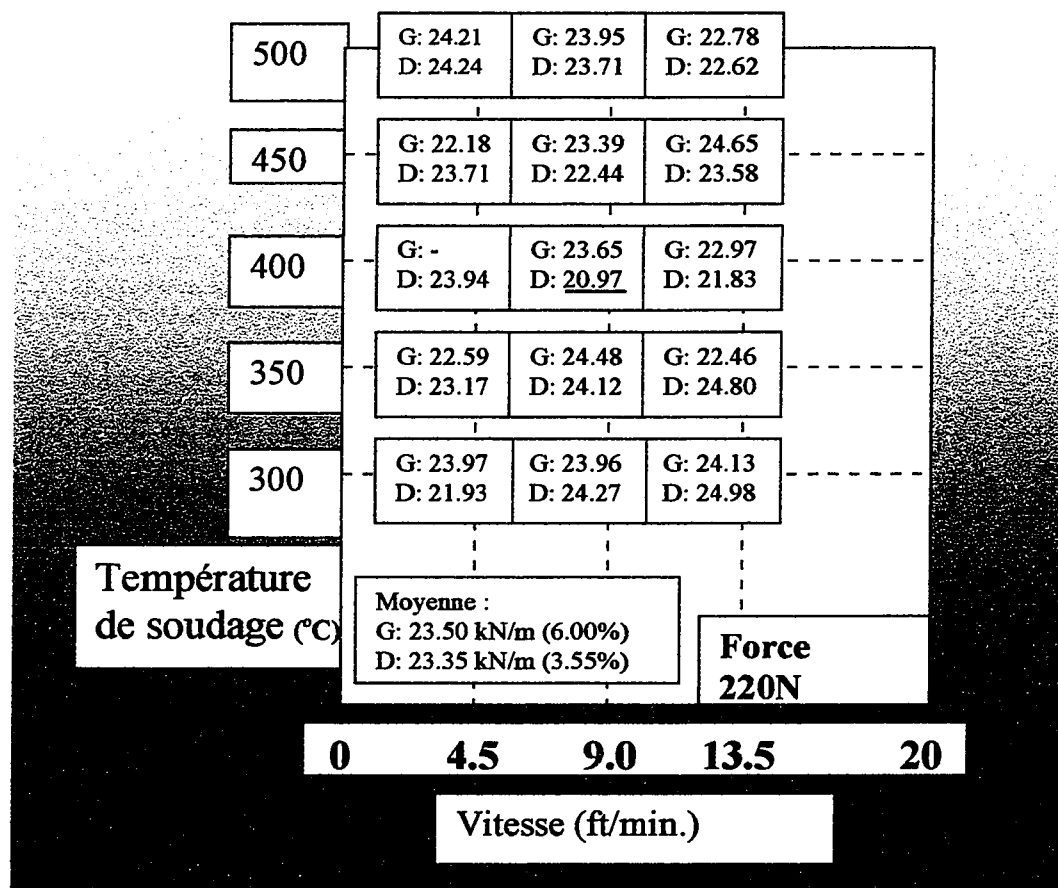


Figure 3.16.1. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

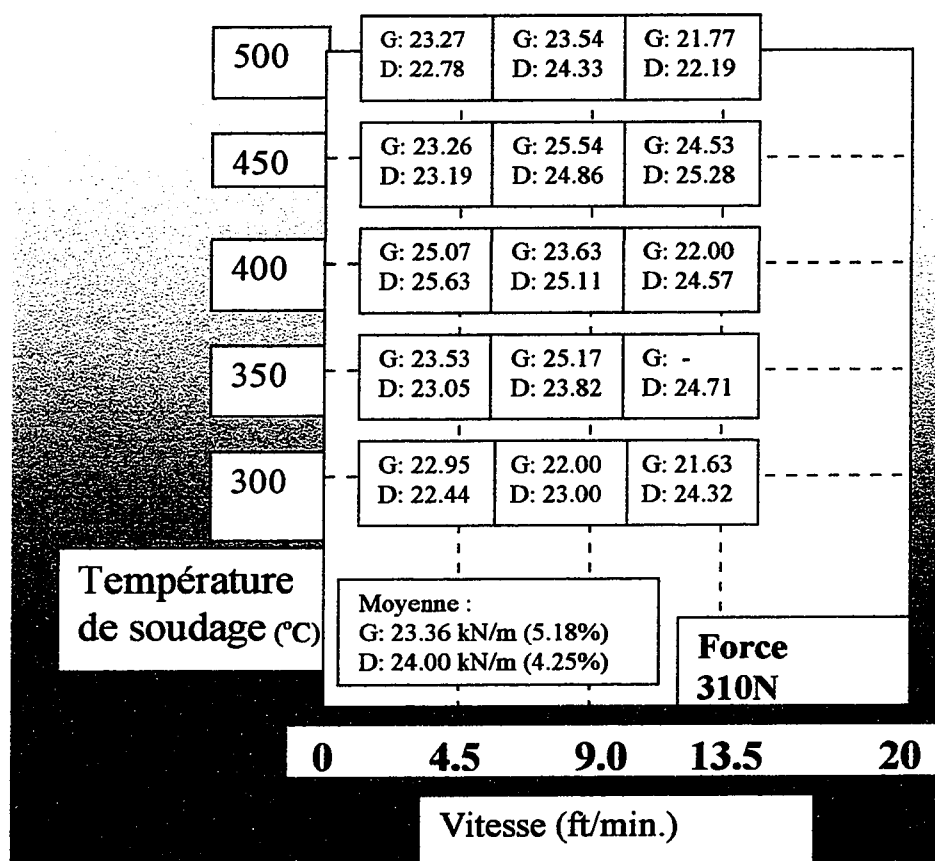


Figure 3.16.2. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

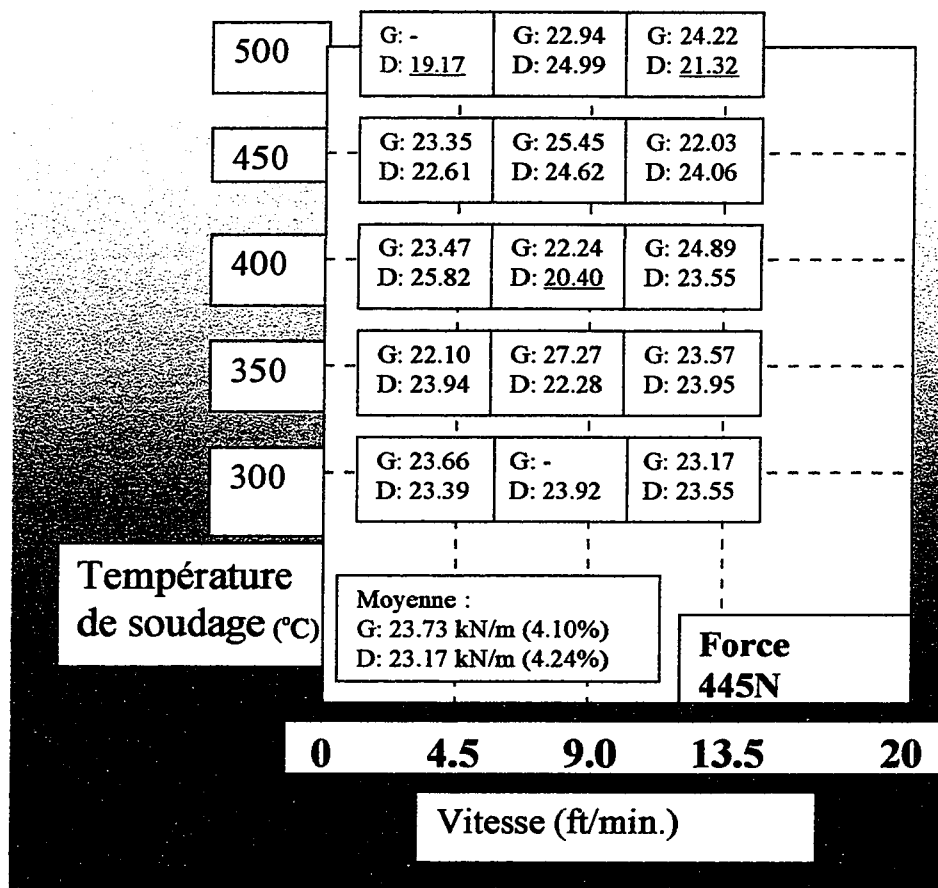


Figure 3.16.3. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

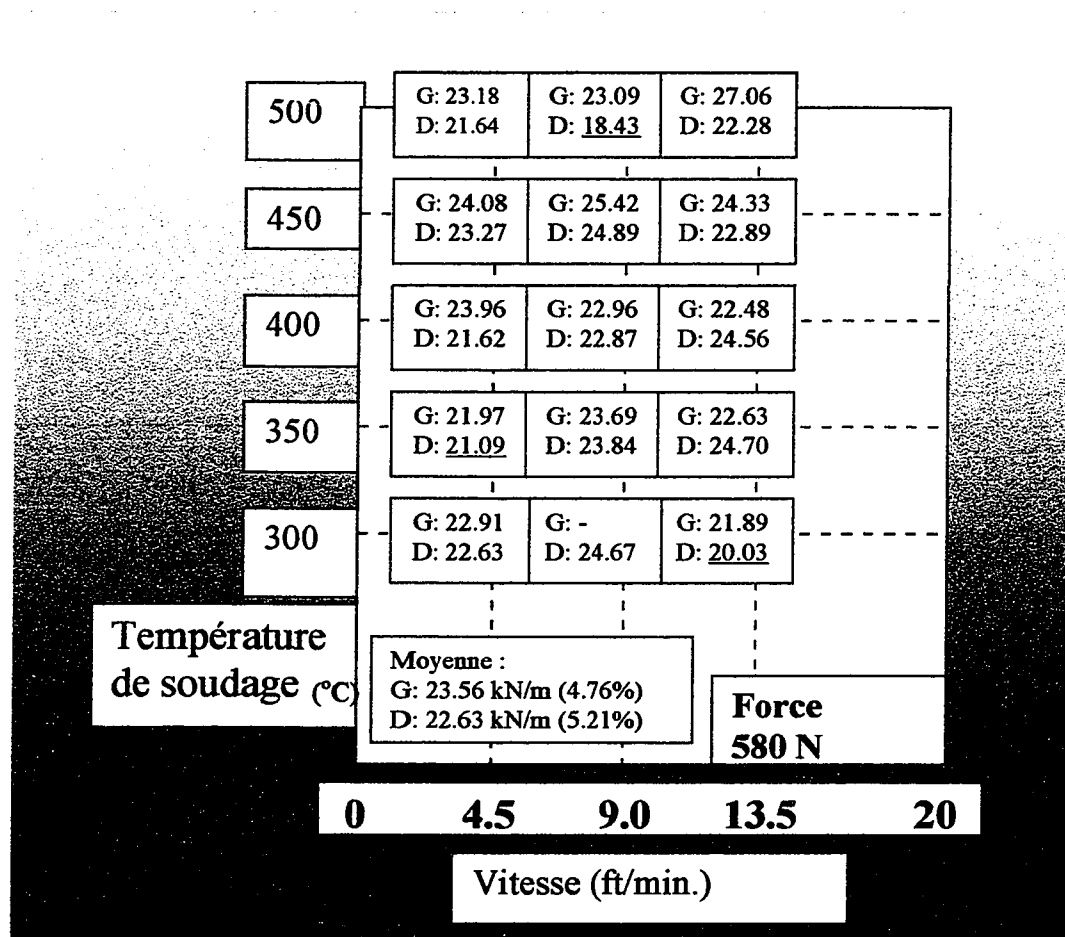


Figure 3.16.4. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')



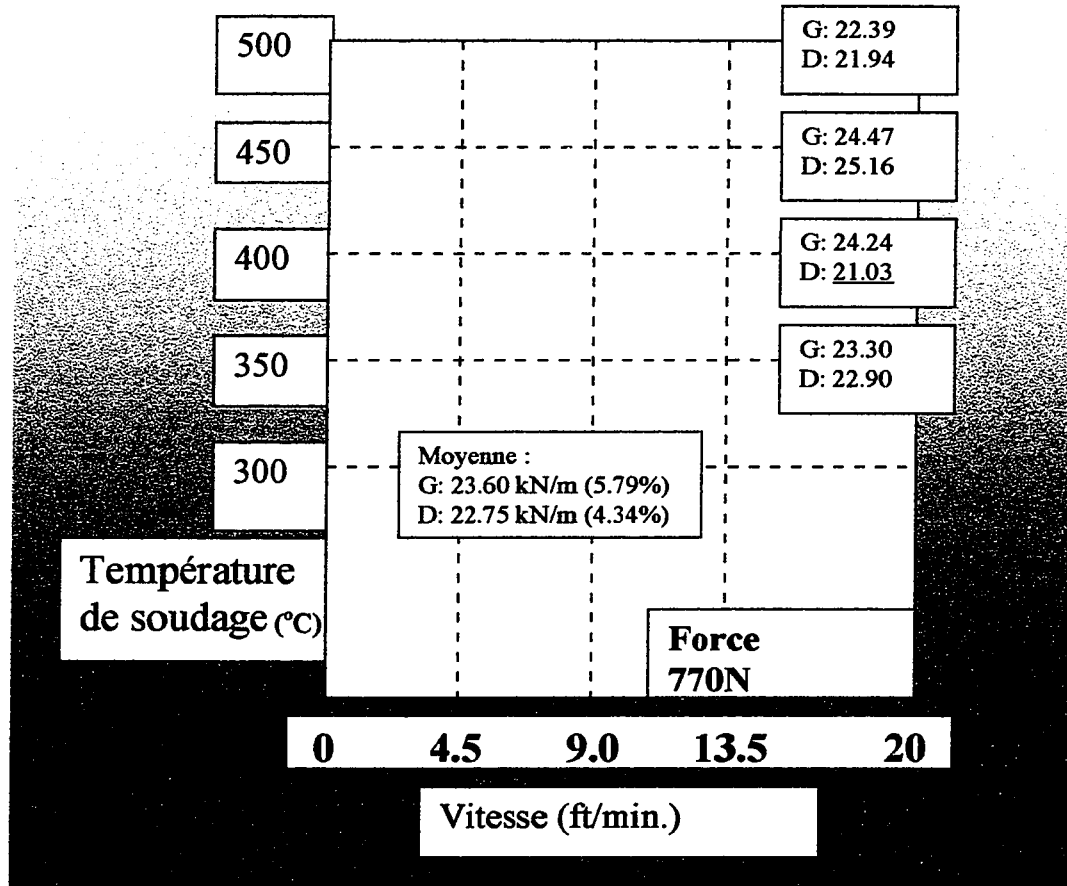


Figure 3.16.5. Valeurs de force (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

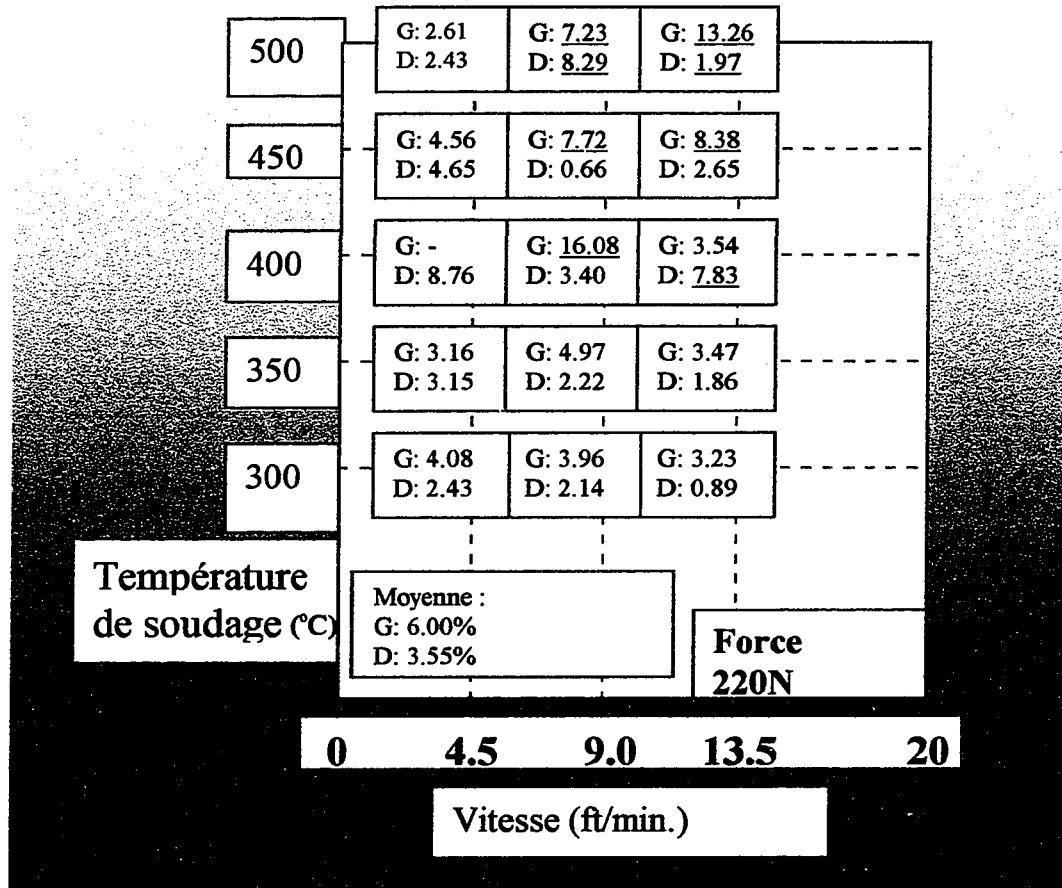


Figure 3.17.1. Coefficients de variation des forces  
(D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

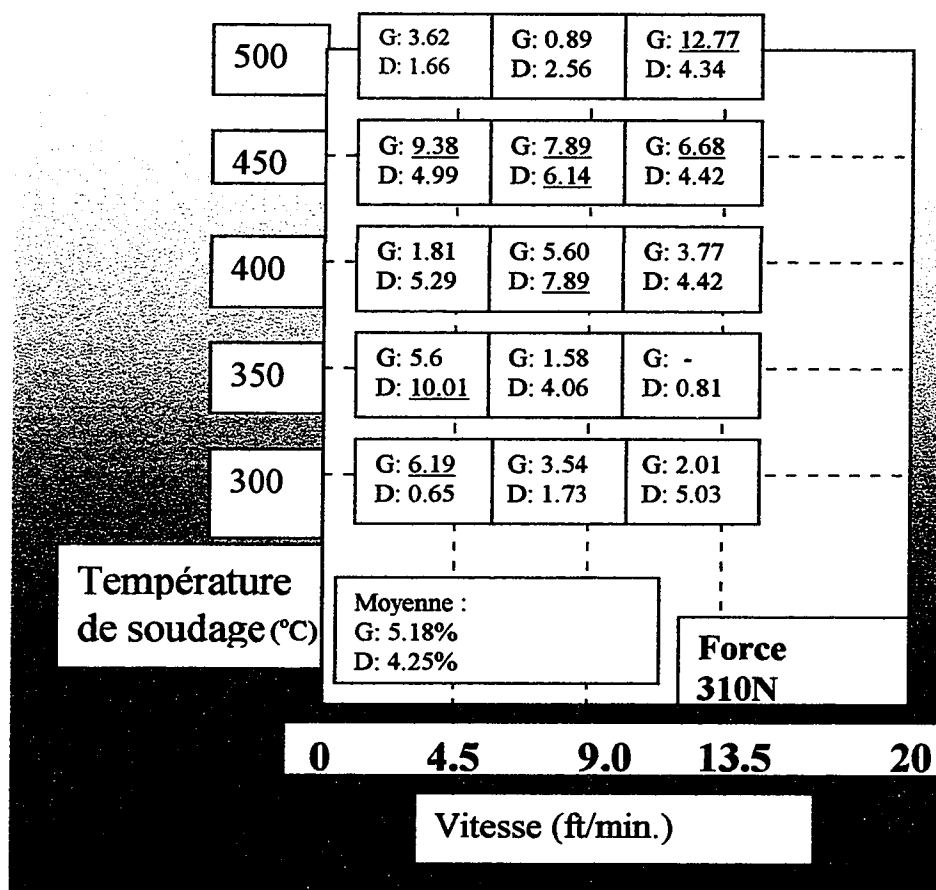


Figure 3.17.2. Coefficients de variation des forces  
(D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

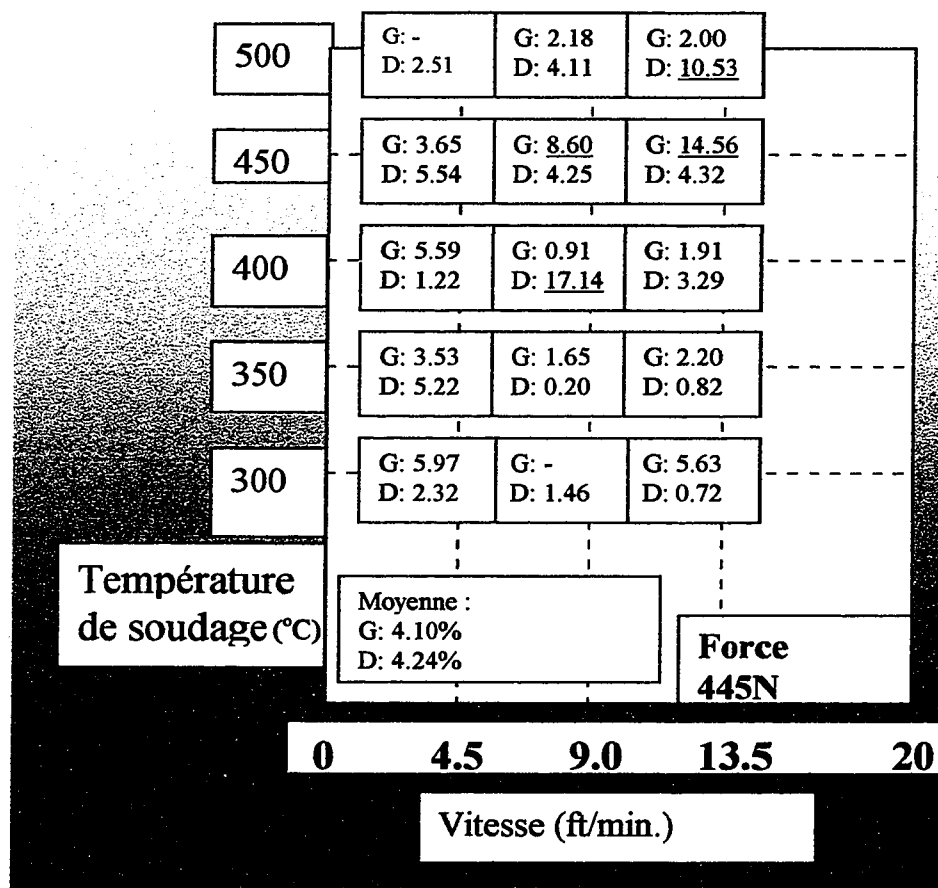


Figure 3.17.3. Coefficients de variation des forces  
(D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

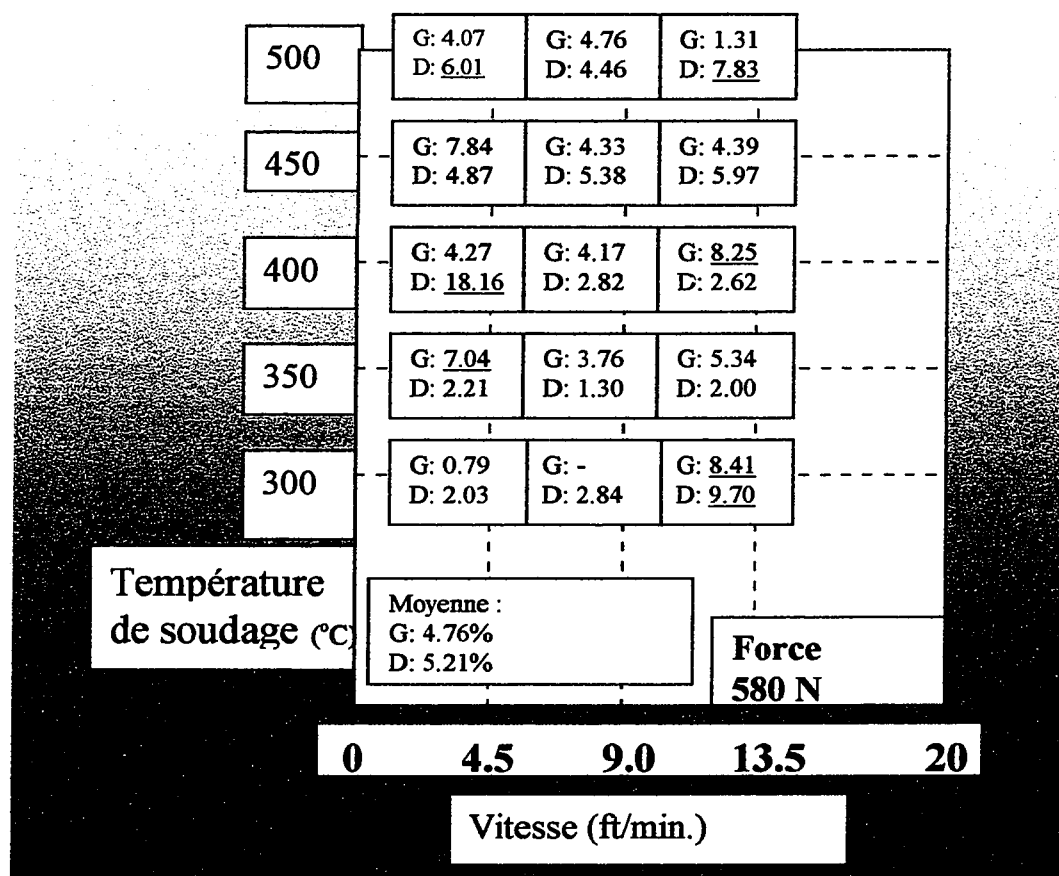


Figure 3.17.4. Coefficients de variation des forces  
 (D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

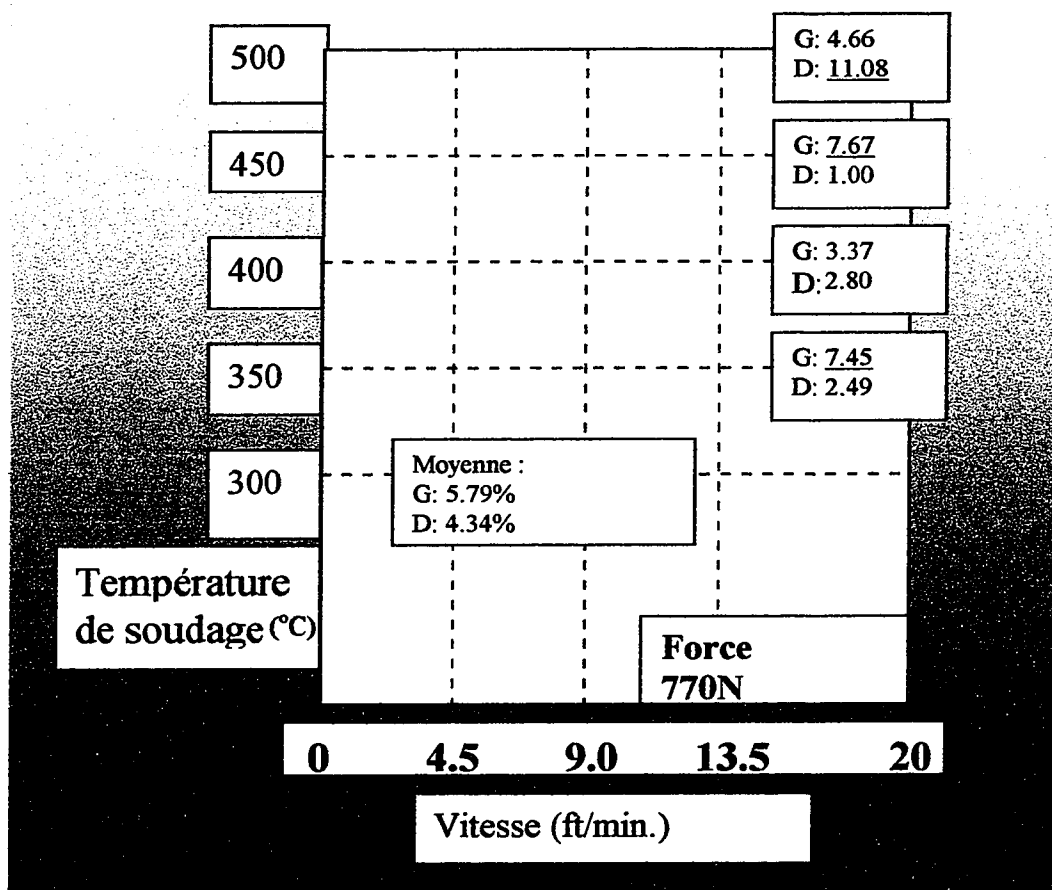


Figure 3.17.5. Coefficients de variation des forces  
(D : soudure 'droite', G : soudure 'gauche')

### 3.4.3.3. Les types de rupture

La classification suivant le type de rupture a été proposé par Peggs (1997), en prenant en compte la 'ductilité' de feuille à proximité du joint. Selon Peggs, une augmentation d'un minimum de 100% entre le bord du joint et la mâchoire entre lesquels la rupture intervient, doit définir les meilleures soudures. À la place du terme 'ductile' qui n'est pas adéquat pour caractériser la déformation des spécimens de pelage, nous préférons discuter de la présence d'une striction ou à l'opposé, d'une très faible déformation.

Ce type de caractéristique ne peut être obtenu sur les courbes Forces versus Déplacement, parce que le déplacement initial est produit sans allongement et dépend du positionnement de l'éprouvette dans les mors de la machine de traction (ce positionnement étant dépendant de l'action de la perle de soudage). Il faut donc effectuer cette caractérisation directement sur les spécimens en mesurant la dimension de la striction ou en qualifiant les bords de la fissure.

L'opinion de Peggs est qu'il n'y a pas de 'ductilité' si la rupture prend place immédiatement, alors que dans les autres cas, pour des raisons d'homogénéité entre les structures de la soudure et du reste de la géomembrane, on peut penser que la qualité du soudage est supérieure. Une longue striction, se terminant par une rupture ou non, est synonyme d'une bonne compatibilité entre le joint et la géomembrane adjacente.

Notre étude montre que le caractère fragile n'est jamais obtenu pour la rupture des spécimens au cours du pelage. Les ruptures sont toujours 'ductiles', excepté pour quelques spécimens après une longue striction, pour lesquels le mode de rupture est assez confus. Les ruptures ont été classées en 5 catégories : ruptures avec une très faible déformation (déformation inférieure à 1mm), ruptures avec faible déformation (déformation entre 1 et 5mm), ruptures avec déformation moyenne (allongement compris entre 0.5 et 1cm), et ruptures avec longues strictions (allongement supérieur à 1cm). La Figure 3.18 présente les

cas où au maximum 1 spécimen sur 5 possède une déformation inférieure à 1mm (cas symbolisés par une \*), les cas de 'longue striction'(HS) et ceux 'sans rupture' (NB).

D'après la Figure 3.18, il n'y a pas de relation entre les conditions de soudage et la nature des déformation de la géomembrane adjacente, sauf que pour une condition donnée le phénomène se reproduit souvent d'un spécimen à l'autre. Bien que la striction se développe dans le voisinage du joint, l'exacte localisation et la direction de propagation de la striction semblent aléatoires. Ainsi, lorsque la déformation non homogène commence près de la perle de soudage en se développant vers la soudure, la déformation sera faible avant la rupture. De plus, on observe qu'il n'y a pas de relation entre les soudures 'gauche' et 'droite' : le comportement en striction varie, de façon aléatoire, ou bien est une conséquence de la manière dont ont été préparés les spécimens.

La rupture prend place principalement sur la pièce la plus courte du spécimen (i.e. la partie du spécimen serrée dans la mâchoire mobile) dans 57.8% des cas pour la soudure 'gauche' et 58.6% pour la soudure 'droite'.

Par rapport à la perle de soudage, aucune information pertinente n'est trouvée en fonction de la position de la rupture. La fissure peut se développer après le décollement de la perle, ou parfois avant celle-ci, laissant la perle non décollée après la rupture. Les photographies des Figures 3.19 à 3.22 présentent différentes sortes de rupture, certainement causées par la géométrie des spécimens.



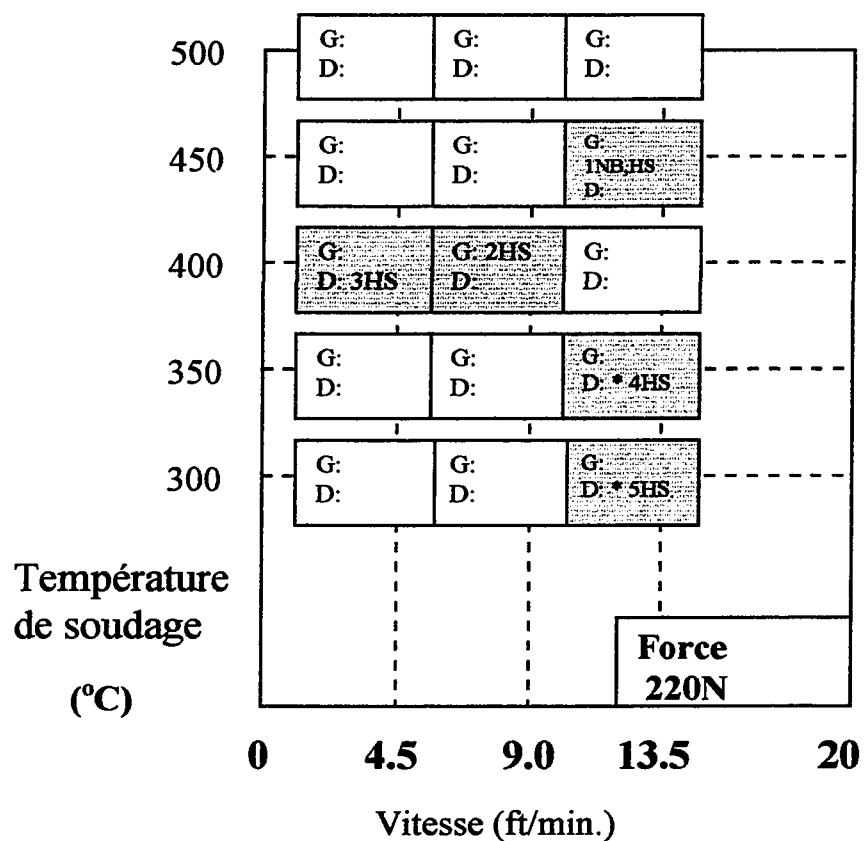


Figure 3.18.1. Types de rupture

G : soudure 'gauche', D : soudure 'droite'

\* : très faible déformation observée pour au maximum 1/5 des spécimens

HS : grande striction, NB : pas de rupture

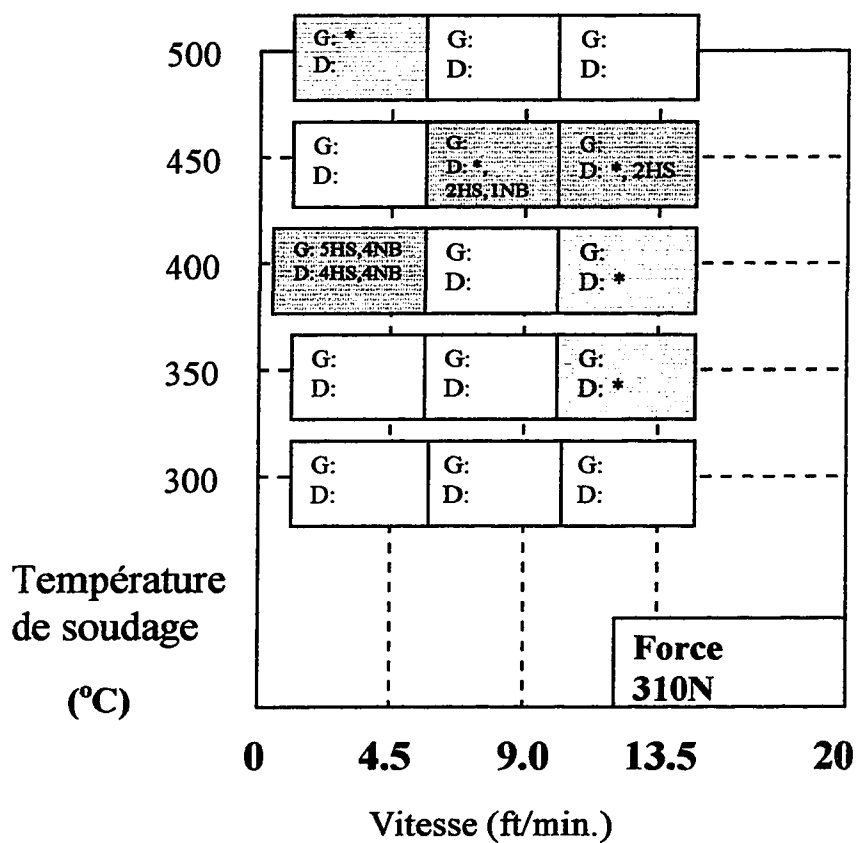


Figure 3.18.2. Types de rupture

G : soudure 'gauche', D : soudure 'droite'

\* : très faible déformation observée pour au maximum 1/5 des spécimens

HS : grande striction, NB : pas de rupture

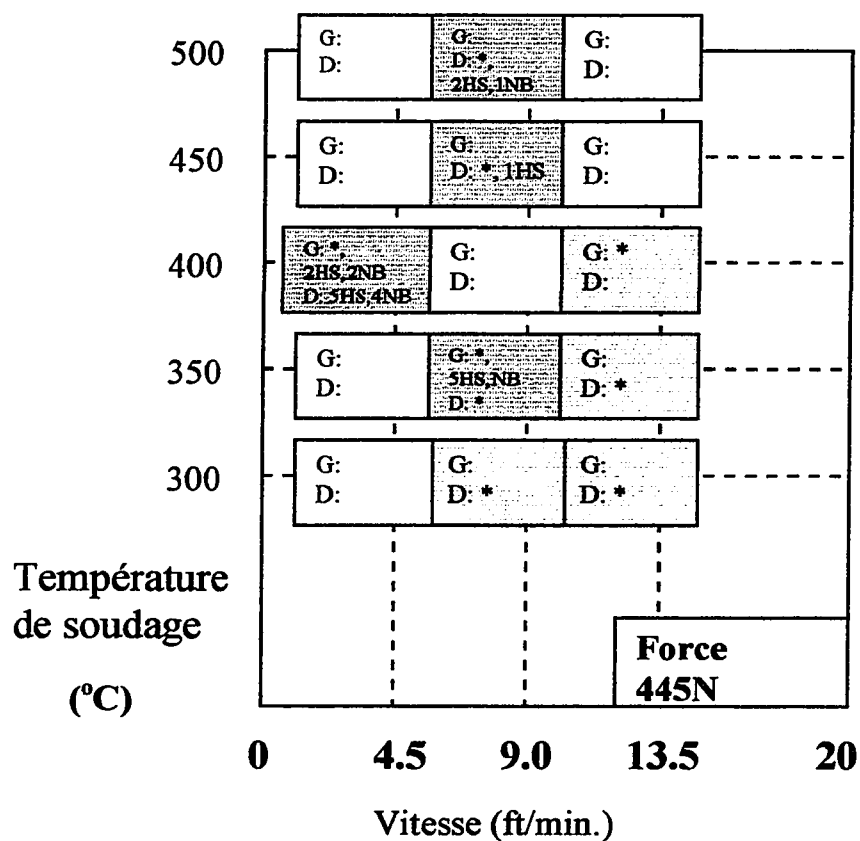


Figure 3.18.3. Types de rupture

G : soudure 'gauche', D : soudure 'droite'

\* : très faible déformation observée pour au maximum 1/5 des spécimens

HS : grande striction, NB : pas de rupture

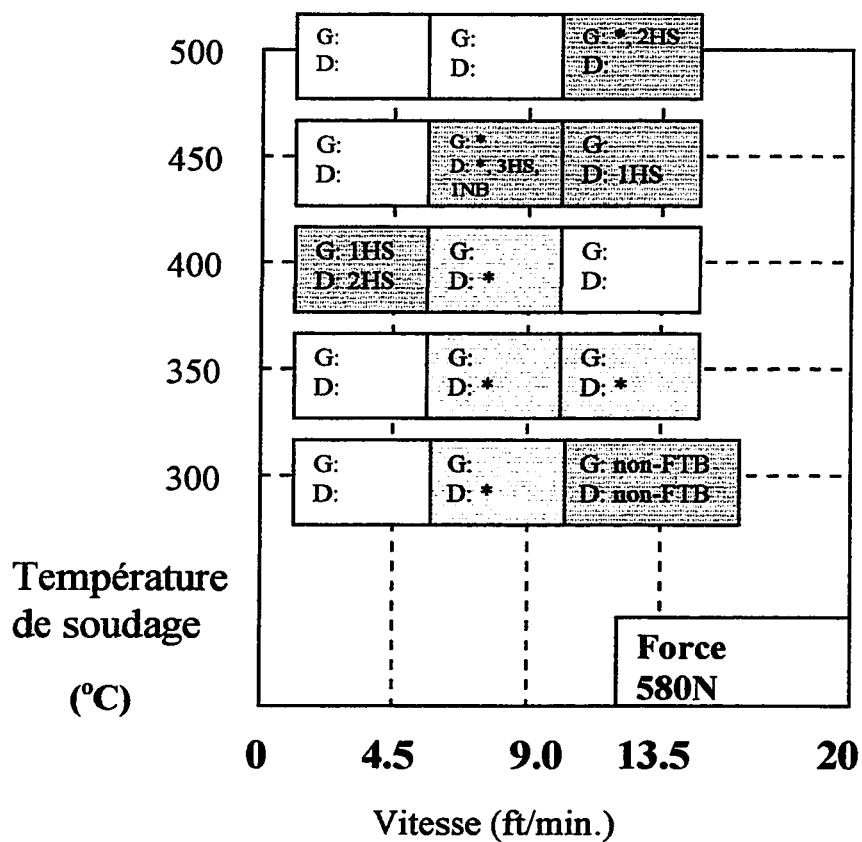


Figure 3.18.4. Types de rupture

G : soudure 'gauche', D : soudure 'droite'

\* : très faible déformation observée pour au maximum 1/5 des spécimens

HS : grande striction, NB : pas de rupture

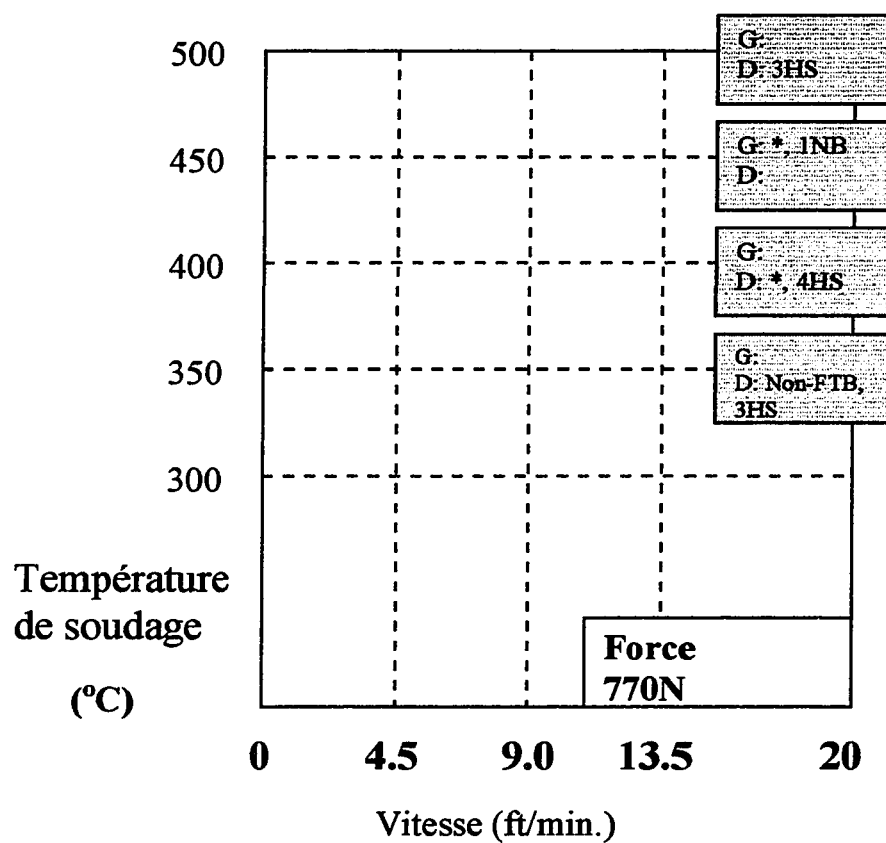
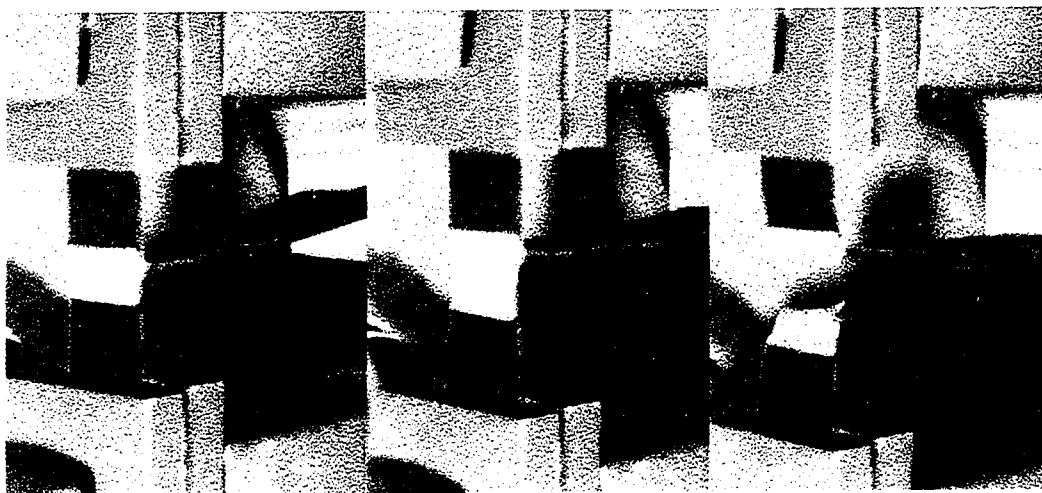


Figure 3.18.5. Types de rupture

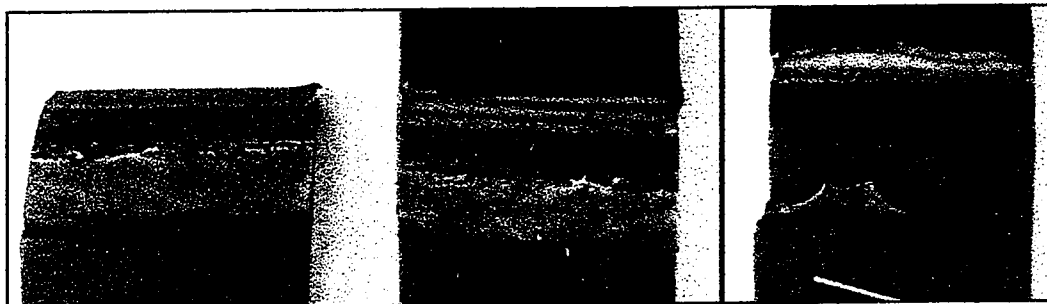
G : soudure 'gauche', D : soudure 'droite'

\* : très faible déformation observée pour au maximum 1/5 des spécimens

HS : grande striction, NB : pas de rupture



*3.19. L'essai de pelage*



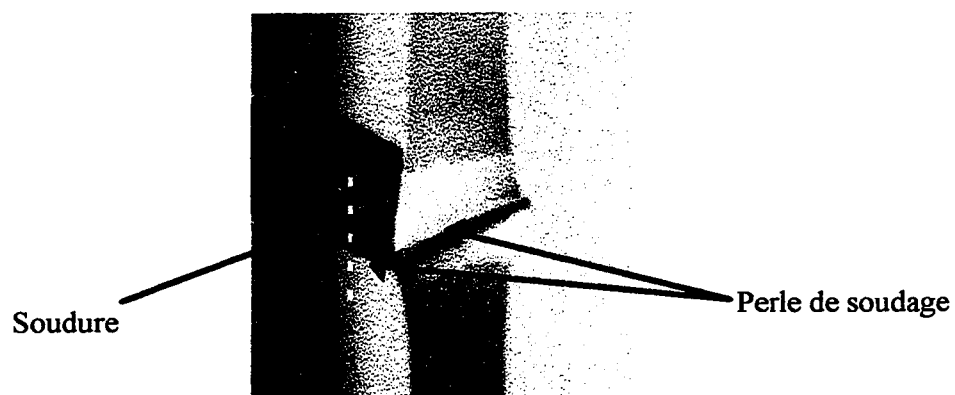
*(1)*

*(2)*

*3.20. Spécimens sans striction après l'essai de pelage*

*(1) : La perle collée a été décollée pendant l'essai.*

*(2) : La perle n'était pas collée.*



*3.21. Pelage : Importante striction*



*3.22. Pelage : striction faible, suivie d'une déchirure*

### 3.5. Conclusion

Avec l'essai de pelage, on constate que les résultats sont différents de ceux de Struve (Cf. Figure 2.9). Par rapport à ses fenêtres de soudage, pour lesquelles le critère était seulement l'essai de pelage, la machine de soudage permet d'obtenir plus facilement de 'vraies' soudures que celle utilisée par Struve. Ainsi, les modifications apportées au design de la machine (par exemple les dimensions de l'élément, la masse de la machine, etc.) conduisent à un élargissement des conditions de soudage qui permettent d'obtenir, à court terme, des soudures convenables. Il faut remarquer que les conditions combinant une forte vitesse avec une faible température (et une force pas trop importante) donnent à présent des soudures satisfaisantes, à la différence des résultats de Struve. Cependant, en prenant en compte l'apparence de la surface extérieure des soudures, de nombreux joints présentent des ondulations. Souvent, une profondeur de zone fondue trop importante est responsable de cet aspect ondulé. Dans ces cas, l'homogénéité du joint n'est pas respectée : la matière fondue est déplacée de façon complexe, l'état de contrainte dans la soudure ne doit pas être constant.

En outre, l'étude a montré que, excepté deux conditions limites de soudage, tous les joints réalisés en laboratoire ont réussi l'essai de pelage, en ne décollant pas la soudure et en se fissurant dans la feuille adjacente. Ainsi, si cet essai demeure nécessaire pour évaluer les joints en terme de 'soudage' ou de simple 'collage', il n'est pas dans sa définition actuelle apte à différencier les conditions de soudage, ni à évaluer la qualité réelle (à long terme) des joints. En effet, il est probable qu'un essai amélioré plus précis puisse qualifier les différentes conditions de soudage, en terme de force et de type de rupture, à la condition que ce ne soit pas la géométrie du spécimen (position de la soudure par rapport à l'axe du spécimen) ni sa position entre les mors de la machine de traction (flexion variable le long de la largeur...) qui déterminent la localisation et la sorte de rupture.



Enfin, il est nécessaire d'adjoindre d'autres essais au pelage, pour qualifier la soudure. Notamment, il faut contrôler la géométrie des soudures et vérifier par exemple l'impact de la perle de soudage sur la qualité de la soudure.

Les méthodes d'analyse thermique sont aussi à considérer pour caractériser physiquement le polymère qui a fondu. C'est pourquoi le chapitre suivant présente des essais thermiques par la technique de DSC sur des échantillons de géomembrane. Ces essais ont pour objectif d'approcher les conditions en température pendant le soudage, puis d'évaluer les possibles modifications morphologiques du polymère.

## CHAPITRE 4. ESSAIS THERMIQUES

### 4.1. Introduction

L'étendue des changements de morphologies du polymère pendant le soudage par fusion n'est pas bien connue. De toute évidence, le soudage induit des changements structurels dans la zone qui a été fondue. On peut aussi penser que la limite entre la zone qui a été fondue et le reste de la géomembrane est assez brutale, du fait de la faible conductivité thermique de la géomembrane PEHD (de l'ordre de 0.48 W/m.°C).

Dans le cas des polymères semi-cristallins, le changement structurel est souvent mis en évidence par une variation de cristallinité (taux ou morphologie), qui a pour conséquence de modifier les propriétés du matériau, telles que la densité, la rigidité, la dureté, le module et l'imperméabilité aux gaz, vapeurs et liquides qui augmentent avec le taux de cristallinité,  $X_c$  (Trotignon et al., 1996 ; Engineered Materials Handbook, 1995). De plus, pour une même quantité de cristallinité, les propriétés mécaniques dépendent de la morphologie cristalline, qui est liée aux conditions de cristallisation : vitesse de refroidissement (plus elle est rapide, plus la phase amorphe sera importante), orientation par cisaillement (qui a tendance à augmenter la quantité de phase cristalline), liens avec la phase amorphe. En premier lieu, la température de fusion - température à laquelle la phase cristalline passe à l'état fondu - dépend de la dimension des cristallites et de  $X_c$  (Rietsch, 1992). Un même polymère peut ainsi présenter des températures de fusion différentes selon la façon dont il a été cristallisé. Par exemple, plus le refroidissement à partir de l'état fondu est lent, plus le degré de cristallisation et la taille des cristallites sont élevés, et donc plus élevée est la température de fusion.

Le matériau qui est le plus modifié par le soudage est la matière à la surface des feuilles, poussée en dehors de la soudure par les rouleaux de pression. Comme le "squeeze-

out ” semble être le point de faiblesse de la structure de la soudure, la connaissance des modifications de ce matériau peut être intéressante. De plus, si ce polymère atteint une forte température, il peut certainement transmettre une partie de sa chaleur à la géomembrane adjacente lorsqu’il la touche. La modification de la surface de la géomembrane adjacente peut alors fragiliser la géomembrane à proximité de la soudure et créer un lieu propice à la fissuration.

Plusieurs études portent sur l’analyse de la structure d’échantillons de géomembranes (Kimmet et al., 1987) et de soudures, en mesurant la variation de  $X_c$  et celle de la température de fusion, par l’utilisation d’un calorimètre différentiel (*DSC*, pour *Differential Scanning Calorimeter*).

Cadwallader et Burkinshaw (1991) ont analysé les variations moléculaires et rhéologiques d’échantillons de géomembranes PEHD après soudage, par *DSC*, par chromatographie d’exclusion sur gel (*GPC*, *Gel Permeation Chromatography*) et par spectrométrie (*RMS*, *Rheometrics Mechanical Spectrometry*). Ils ont conclu que les effets du soudage sur la structure de la géomembrane étaient minimes, avec une variation insignifiante de  $X_c$ . Cependant, bien que cela soit insuffisamment détaillé, il semble que la méthode de prélèvement des échantillons n’était pas appropriée. Dans le cas des soudures doubles par fusion, on peut supposer que les résultats ne prennent pas uniquement en compte la zone qui a été fondue pendant le procédé de soudage.

Maranda (1995) a mesuré la cristallinité en fonction de la localisation des échantillons par rapport au centre de la soudure, suivant le plan de la feuille, par les méthodes de *DSC* et de colonne à gradient de densité. Les résultats indiquent un  $X_c$  compris entre 76.5 et 78.2%, avec une faible (et surprenante) diminution de cristallinité à 1cm du centre de la soudure. Cependant, s’il y a variation de cristallinité par le soudage, celle-ci ne peut que se situer au niveau de la soudure et selon l’épaisseur de la feuille. Dans l’opération de soudage, si l’on ne considère pas le passage des rouleaux de pression, le matériau qui va fondre correspond habituellement à environ 20 à 30% de l’épaisseur de la géomembrane, de telle sorte que l’épaisseur de la zone fondue (et de la soudure avant le passage des rouleaux de pression) est

au maximum de 1mm pour des feuilles de 1.5mm d'épaisseur. Aussi, du fait de la faible conductivité thermique de la géomembrane, la zone qui pourrait être "thermiquement affectée" mais qui demeure non fondue doit être très mince, à la différence du soudage des alliages métalliques. En ajoutant la force de soudage, qui écrase la matière fondue pour améliorer l'interpénétration des deux feuilles, la zone qui a été fondue apparaît encore plus mince et difficilement caractérisable sur des échantillons de géomembranes, à moins de mettre en œuvre une méthode d'échantillonnage très précise. La technique la plus judicieuse pour ce type d'échantillonnage est la microtomie, en utilisant un microtome approprié, après enrobage des échantillons dans une résine époxy. Cette méthode n'a pu être expérimentée.

En remplacement, une simulation par *DSC* des conditions au chauffage et au refroidissement a été effectuée, afin de suivre les propriétés de structure dans les conditions les plus proches possibles de celles du soudage. Le Tableau 4.1 présente le programme expérimental. De cette façon, on doit pouvoir vérifier les conséquences du traitement thermique. L'avantage de cette méthode est que les conditions de chauffage et de refroidissement sont connues de manière précise, de sorte qu'une correspondance entre cet essai et les analyses ultérieures est possible. L'inconvénient majeur est que les cycles thermiques imposés sont différents de ceux des conditions de soudage.

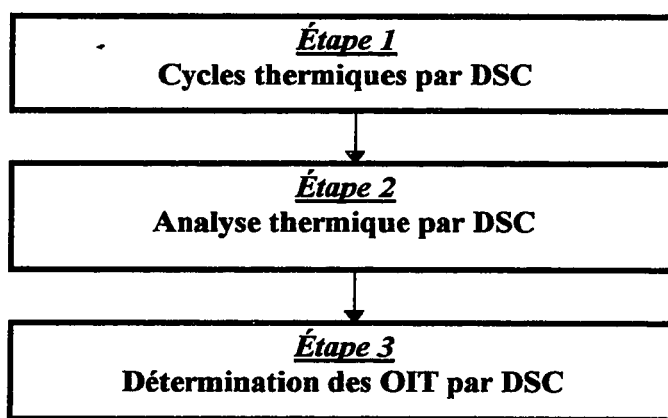


Tableau 4.1. Programme des essais par DSC

Par ailleurs, les propriétés de stabilisation des antioxydants peuvent être aussi contrôlées en utilisant la *DSC*. Une autre expérience a été menée sur les mêmes échantillons (Cf. Tableau 4.1) afin de mesurer le temps d'induction à l'oxydation (OIT), selon l'essai de la méthode ASTM D3895, souvent appelé le “*Regular OIT Test*”. Cet essai permet d'effectuer une mesure qualitative du niveau de stabilisation atteint par le matériau grâce aux additifs, tels que les stabilisants “chaleur” nécessaires lors de l'extrusion, les antioxydants pour la durabilité à long terme et certains stabilisants “lumière” pour la résistance aux UV (Thomas, 1998). Les tests OIT (ASTM D3895 et D5885) ont été largement décrits et analysés par Thomas (1998), Hsuan (1997), Blaine et al. (1997). Cet essai a été appliqué dans l'intention de caractériser la stabilisation des échantillons ayant subi les simulations thermiques. Ainsi, dans une atmosphère d'oxygène, à la température de 200°C, la réaction d'oxydation se produit après un certain temps, appelé l'OIT. En général, une valeur d'OIT supérieure à 100min. est exigée dans cet essai pour considérer que la combinaison résine/stabilisants est convenable et que la quantité de stabilisants est suffisante. Le choix de cette valeur reste arbitraire puisqu'elle ne repose sur aucune considération théorique. Cependant, si la géomembrane était dépourvue d'antioxydants, la valeur de l'OIT ne serait que d'une dizaine de minutes.

#### 4.2. Section expérimentale

Les échantillons, découpés en fines tranches, ont été prélevés sur le rouleau de géomembrane qui a servi pour le soudage.

L'étude expérimentale est composée de trois étapes. Celles-ci sont récapitulées au Tableau 4.3. Tout d'abord, le procédé thermique par *DSC*, qui consiste en un chauffage contrôlé jusqu'à une température fixée, suivi d'un refroidissement contrôlé. La forte vitesse de chauffage (200°C/min.) permet d'approcher le choc thermique subi par la géomembrane

au contact de l'élément chauffant de la machine de soudage. Cependant, cette vitesse est évidemment plus faible que la vitesse de soudage à la surface de la géomembrane.

La masse de chaque spécimen est de l'ordre de 10mg, mesurée avant le procédé thermique. L'utilisation de la cellule de *DSC* comme un micro-four permet de chauffer et refroidir à des vitesses bien contrôlées et d'atteindre des températures précises. Les conditions sont présentées dans le Tableau 4.2. Aussitôt que la température fixée est atteinte, le refroidissement commence.

Vitesse de chauffage °C/min.	200
Température atteinte °C	300, 350, 400, 450, 500
Vitesse de refroidissement °C/min.	25, 50, 100

*Tableau 4.2. Étape 1.*  
*Conditions du procédé thermique par DSC*  
*pour simuler les conditions de soudage*

Dans un second temps (Étape 2), les mêmes spécimens et un spécimen de référence ont été conventionnellement analysés par *DSC* (selon les essais des normes ASTM D3417, D3418 ou ASTM D793, D794). Les spécimens ont été chauffés au taux de 20°C/min, de 30 à 180°C. En plus des températures du pic de fusion, les chaleurs spécifiques de fusion données par l'aire sous le pic de fusion ont été relevées pour calculer le taux de cristallinité. Un DSC-7 de Perkin-Elmer calibré en température et en enthalpie en utilisant l'indium comme standard a été utilisé pour ces étapes. Le degré de cristallinité a été calculé par simple rapport avec la chaleur de fusion donnée pour le polyéthylène parfaitement cristallin,

qui est de l'ordre de 289 à 293 J/g suivant la littérature. Bien que cette estimation du taux de cristallinité ne soit pas la plus juste, elle permet une bonne comparaison entre les spécimens. De plus, il n'y a eu aucune ambiguïté quant au positionnement de la ligne de base sur les courbes de DSC, permettant de délimiter l'aire sous le pic de fusion.

Une attention particulière a été portée sur la forme du pic de fusion, qui peut être plus ou moins large. Par exemple, un échantillon rapidement refroidi possède plus de cristallites de faibles dimensions. Ainsi, la température de fusion sera plus faible et la zone de fusion plus élargie que pour un refroidissement plus lent. La température de début de fusion (température où le pic commence à apparaître) est associée à la fusion des plus petits et des plus imparfaits cristaux, tandis que la température de fin de fusion correspond à la fusion des dernières lamelles cristallines, les plus épaisses et les plus stables.

Les mêmes spécimens ont été utilisés pour l'essai d'OIT (Étape 3), réalisé avec un DSC de TA Instruments. Les spécimens sont chauffés jusqu'à la température de 200°C dans une atmosphère d'azote dont le débit est de 50 mL/min. ; ensuite ils sont maintenus pendant 5 minutes à cette température, avant de changer l'azote par de l'oxygène, au même débit. Ainsi, pendant la période d'induction, les antioxydants et les autres stabilisants ajoutés dans la composition de la géomembrane réagissent avec l'oxygène, pour protéger le polymère. Le plastique se décompose lorsque les additifs ont été consommés. La durée entre le début du flux d'oxygène et le début de cette décomposition, qui apparaît par un brusque changement de la ligne de base, détermine l'OIT (ASTM D3895 ; Thomas, 1998). De cette manière, il serait possible de déterminer le type de stabilisant qui a été utilisé (Hsuan et Guan, 1998).

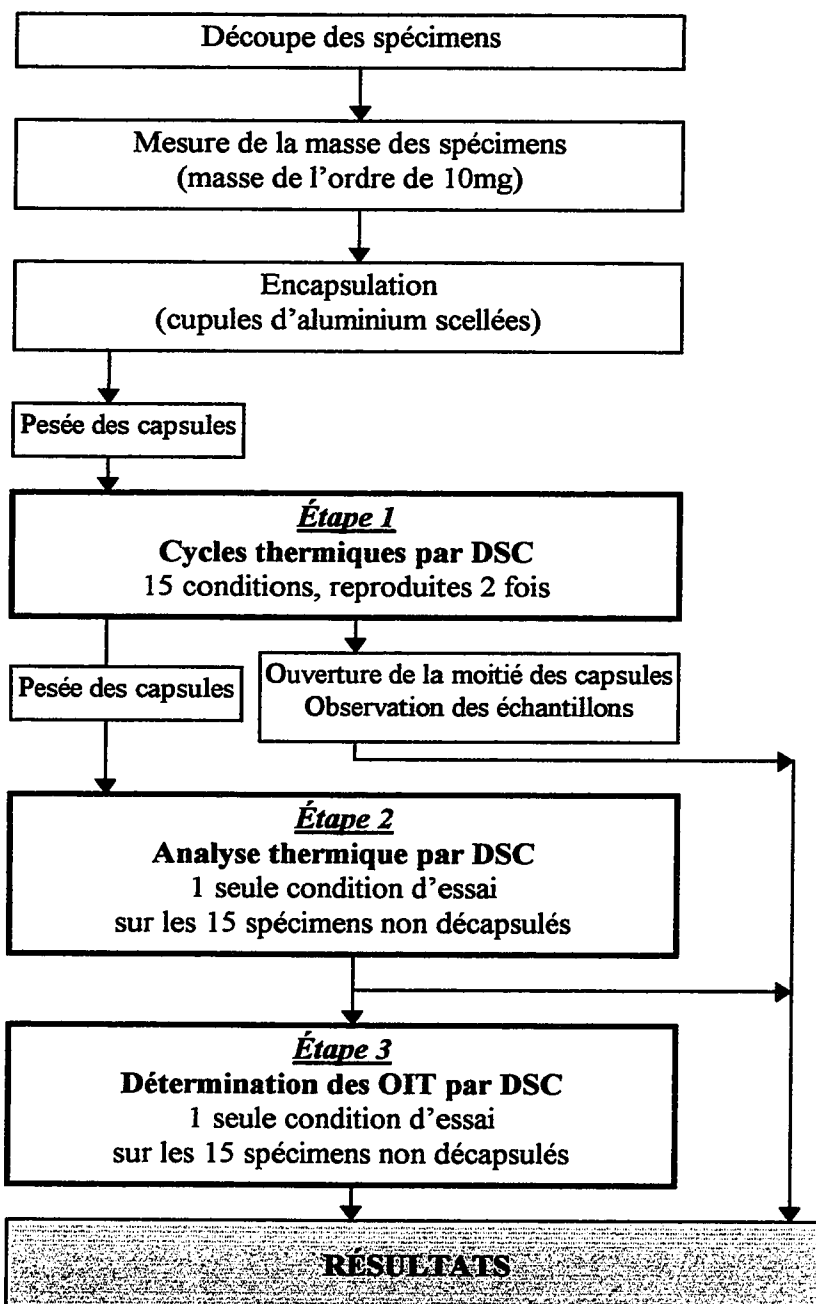


Tableau 4.3. Programme expérimental



## Limites de l'étude

La vitesse de cristallisation naturelle dépend de la température atteinte par le matériau avant sa cristallisation, mais il est impossible de prendre en compte celle-ci dans cette étude puisque on impose une vitesse de refroidissement contrôlée. De même, la variation de l'orientation de la phase amorphe par le déplacement de la matière pendant le soudage (suivant la direction du soudage et aussi à cause de la force appliquée) ne peut pas être considérée alors que cette orientation interagit sur la structure cristalline. On ne peut pas prévoir l'influence de la vitesse de soudage ou de l'écoulement de la matière, produisant par exemple la perle de soudage, sur la structure cristalline.

Dans les analyses de DSC, la masse des spécimens doit être mesurée de manière très précise, puisqu'elle entre dans l'estimation de la quantité de chaleur sous le pic de fusion. Pour les essais à haute température, une certaine proportion du matériau peut être volatile. Cependant, la pesée des capsules fermées avant et après les procédés thermiques donnait des résultats identiques (à 0.1mg près).

Enfin, il est évident que les cycles des simulations (Étape 1) ne correspondent pas aux cycles thermiques réels pendant le soudage. La Figure 4.1 présente l'ensemble des cycles simulés par DSC ; la Figure 4.2 propose une comparaison entre un cycle du soudage et celui du procédé thermique de la simulation la plus voisine. Il faut noter que ces cycles appliqués par la machine de soudage ou par celle de DSC ne correspondent jamais aux cycles thermiques réellement subis par la matière plastique, du fait de leur rapidité. Il faut aussi remarquer que la vitesse de montée en température est plus lente pour les procédés de simulation du soudage que pour le soudage lui-même. Ainsi, pour une température d'essai donnée, la température atteinte par le polymère est plus élevée pour la simulation que pour le soudage.

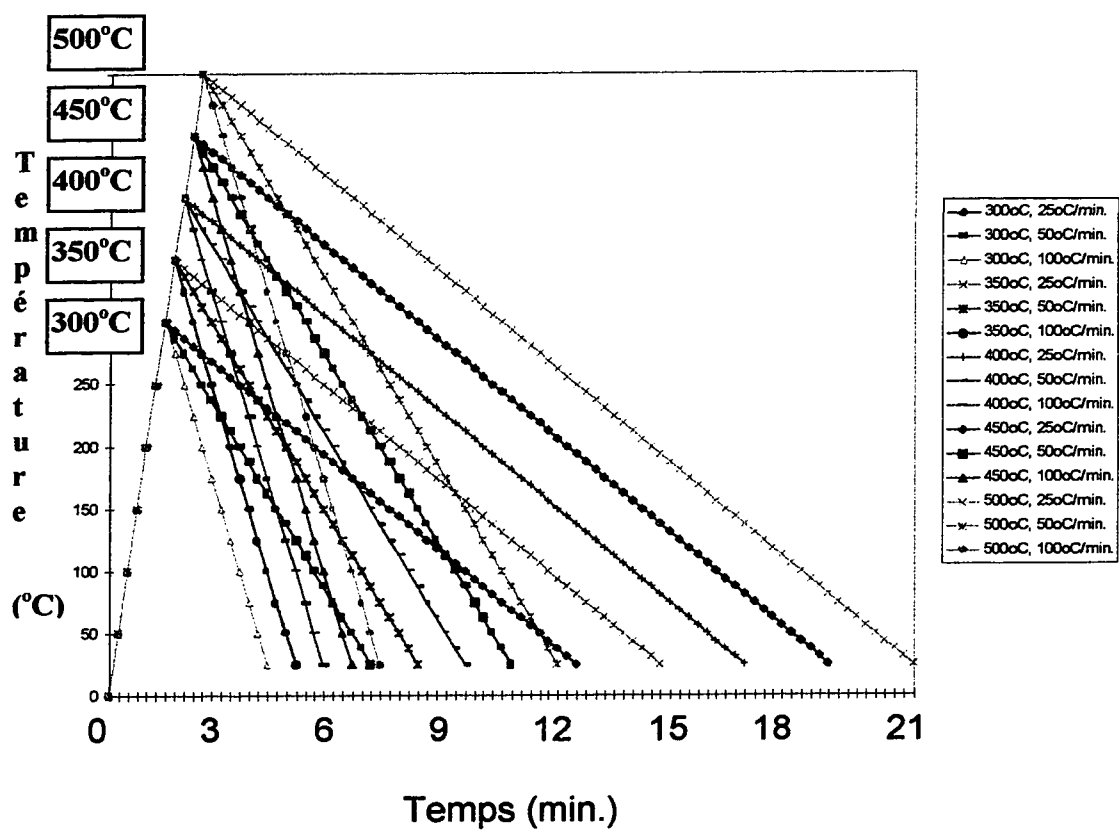
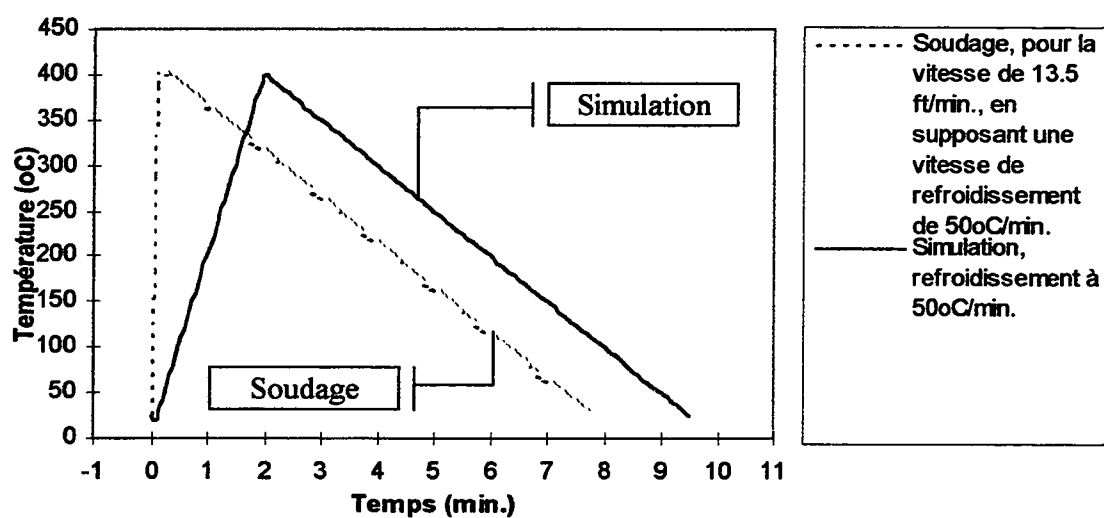


Figure 4.1. Les 15 cycles thermiques effectués par DSC

**Comparaison entre le cycle du soudage et le cycle de la  
simulation, pour 400°C**



*Figure 4.2. Comparaison entre un cycle de soudage et une simulation*

Conditions de soudage : 400°C, 13.5 ft/min., Refroidissement estimé à 50°C/min.

Conditions de l'essai thermique : Chauffage à 200°C/min., Température maximale : 400°C, Vitesse de refroidissement : 50°C/min.

### 4.3. Résultats

#### 4.3.1. Résultats globaux

Les résultats issus de l'analyse conventionnelle par DSC (Étape 2, suivant les méthodes ASTM D3417 et D3418) et des OIT (Étape 3, suivant l'ASTM D3895) sont récapitulés dans le Tableau 4.4. Les spécimens de l'essai à 500°C ne présentaient plus de pic caractéristique (Cf. Figure 4.3). Les essais de procédé thermique (Étape 1) ayant été effectués deux fois, les couvercles des capsules d'aluminium ont été enlevés sur chaque duplicata, qui n'a pas été ensuite analysé par DSC. Ainsi, il a été vérifié que le polymère des essais à 500°C avait été totalement dégradé (la capsule ne contenait plus que de la poudre, constituée vraisemblablement de noir de carbone et du reste du polymère). Ceux des essais à 300 et 350°C n'avaient été que partiellement fondus : ils avaient conservé leur forme initiale malgré la préparation optimale de spécimens de fines épaisseurs. Ceux des essais à 400 et 450°C formaient une couche homogène au fond de la capsule.

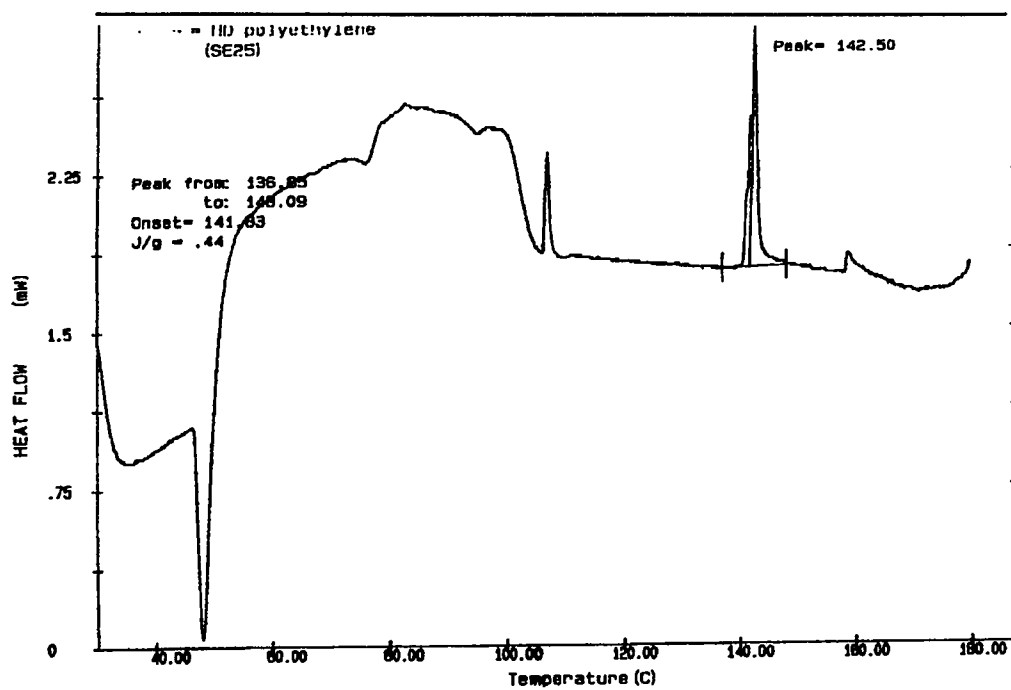


Figure 4.3. Courbe de DSC pour le spécimen de l'essai à 500°C

Conditions du procédé thermique			Résultats			
Vitesse de chauffage (°C/min.)	Température atteinte (°C)	Vitesse de refroidissement (°C/min.)	Point de Fusion (°C)	Taux de Cristallinité (%)	Forme du pic	« OIT Regular » (min.)
0	0	0	128.6	52.1	Moyenne	130
200	300	25	127.5	51.2	Large	138
200	300	50	128.1	51.3	Large	145
200	300	100	128.5	52.4	Large	139
200	350	25	127.6	51.7	Moyenne	111
200	350	50	127.4	52.6	Moyenne	119
200	350	100	129.4	52.1	Large	129
200	400	25	128.0	58.1	Étroite	86
200	400	50	128.1	59.2	Étroite	108
200	400	100	129.9	53.2	Large	121
200	450	25	124.5	60.9	Moyenne	19
200	450	50	126.4	60.1	Étroite	40
200	450	100	129.1	61.6	Étroite	51

*Tableau 4.4. Résultats globaux des essais DSC*

#### 4.3.2. Conséquences du procédé thermique

##### 4.3.2.1. Analyse thermique du spécimen de référence

Cet échantillon n'a pas subi de traitement thermique. La température de fusion a été estimée à 128.6°C et le taux de cristallinité à 52.1%, en prenant pour la valeur de 292.4 J/g comme chaleur de fusion (Brandrup et Immergut, 1975). La forme du pic donne une image de la répartition en taille des entités cristallines et sert de référence pour l'analyse des autres spécimens (Cf. Figure 4.4).

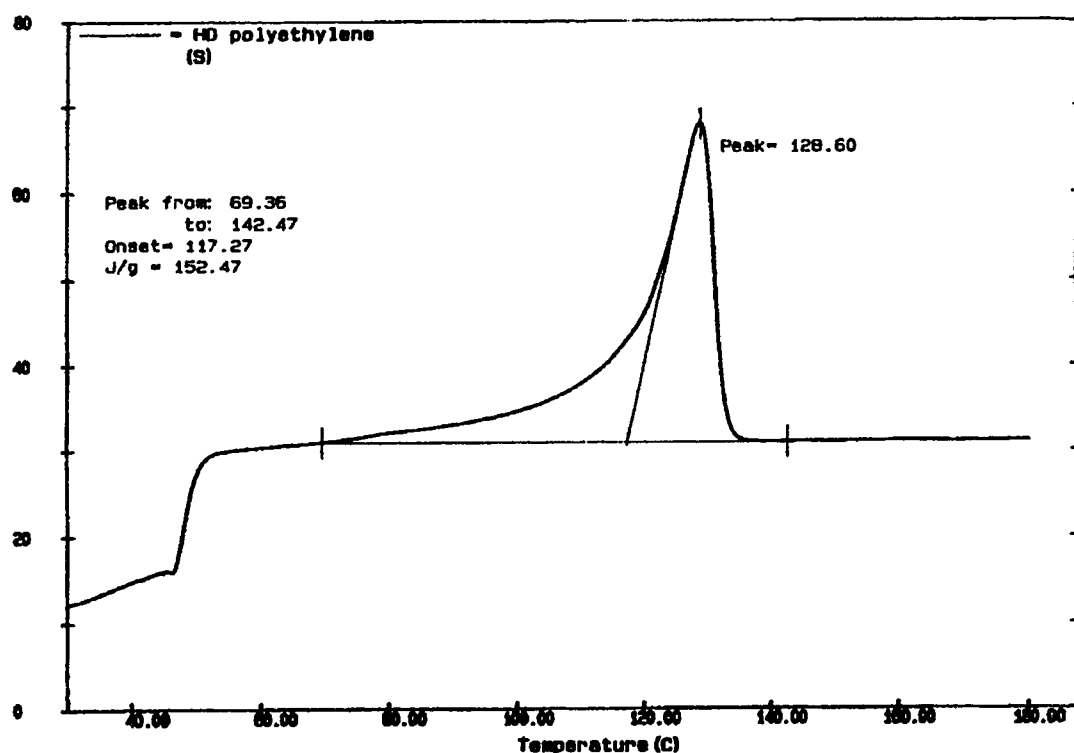


Figure 4.4. Courbe de DSC (Enthalpie versus Température)  
pour la géomembrane PEHD

#### 4.3.2.2. Influence de la température fixée pour le procédé sur la température de fusion et le taux de cristallinité

La position du pic de fusion reste relativement constante (de l'ordre de 128°C) pour les essais aux températures 300, 350 et 400°C et pour les vitesses de refroidissement 25 et 50°C/min (Cf. Figure 4.5). Ainsi, on peut conclure que pour des refroidissements lents et les températures maximales de chauffage les plus faibles (300 et 350°C), la température du pic de fusion demeure inchangée. Pour les mêmes vitesses de refroidissement, la température de fusion des spécimens des essais à 450°C diminue de quelques degrés par rapport aux autres essais.

Rappelons que les essais à 500°C, quelque soit le taux de refroidissement, ont montré que le matériau était dégradé, et que la courbe DSC ne présentait plus de pic de fusion.



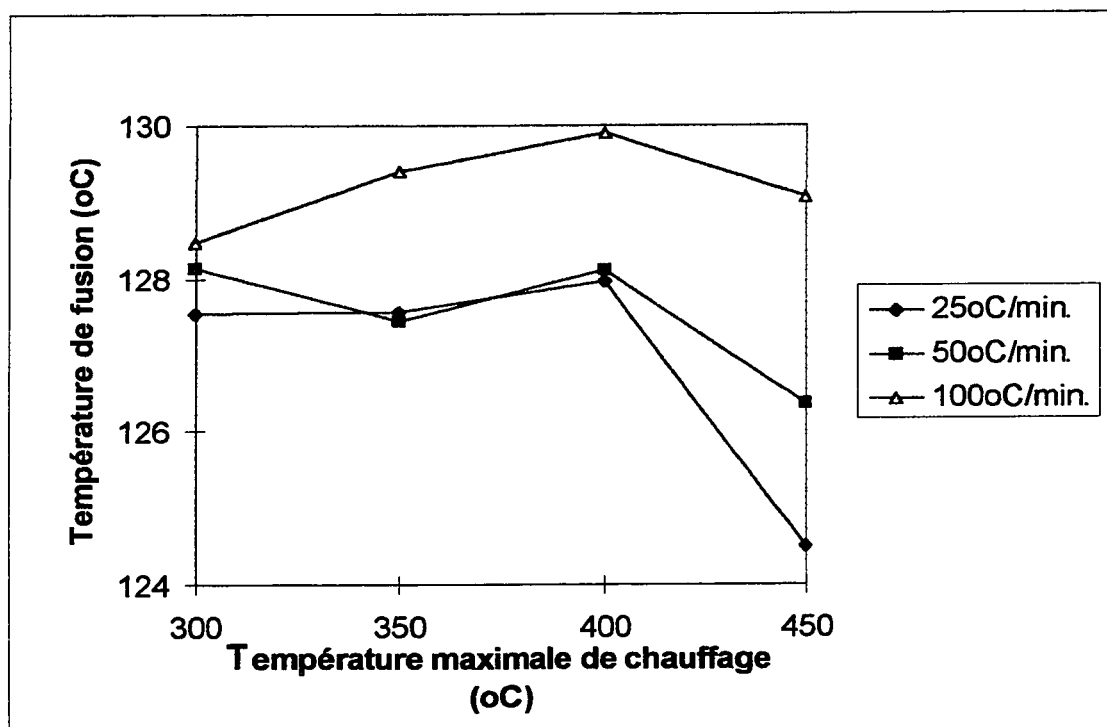


Figure 4.5. Température de fusion versus la température maximale de l'essai, pour trois vitesses de refroidissement

L'évolution du taux de cristallinité est bien plus intéressante (Cf. Figure 4.6). Il semble que le taux de cristallinité augmente quand la température de l'essai de simulation augmente. La plus forte variation de  $X_c$  intervient entre 350 et 400°C, où le taux de cristallinité augmente d'environ 8%, sauf pour la vitesse de refroidissement la plus élevée où cette variation est déplacée vers les plus hautes températures (entre 400 et 450°C). Ainsi, on peut supposer que pour ces températures, le polymère devient plus rigide.

Le pic de fusion est à base large pour l'essai à 300°C. À cette température, le procédé thermique est une sorte de recuit partiel de la structure, conduisant à l'épaississement d'une partie des lamelles cristallines. En effet, à cause des vitesses élevées de chauffage et refroidissement, la totalité des cristallites ne peut être portée à fusion avant le refroidissement subséquent, comme le montre l'observation des spécimens après les essais à 300 et 350°C.

Pour les essais à 300 et 350°C, il n'y a pas de variation de  $X_c$ , et donc l'utilisation de ces températures ne modifie pas la répartition phase amorphe - phase cristalline du polymère. Seule une modification de la taille des cristallites peut être envisagée, comme la forme des pics le laisse supposer. Cependant, il faut tenir compte de la fusion imparfaite des spécimens de ces échantillons, ce qui peut expliquer que le taux de cristallinité n'ait pas évolué.

À 400°C et encore plus à 450°C, le taux de cristallinité augmente par rapport à ceux des autres essais et par rapport à celui de la géomembrane (paragraphe 4.3.2.1). L'augmentation de la température limite du procédé de simulation entraîne la diminution de la largeur du pic de fusion, signifiant qu'une sorte de taille de cristallites devient majoritaire.

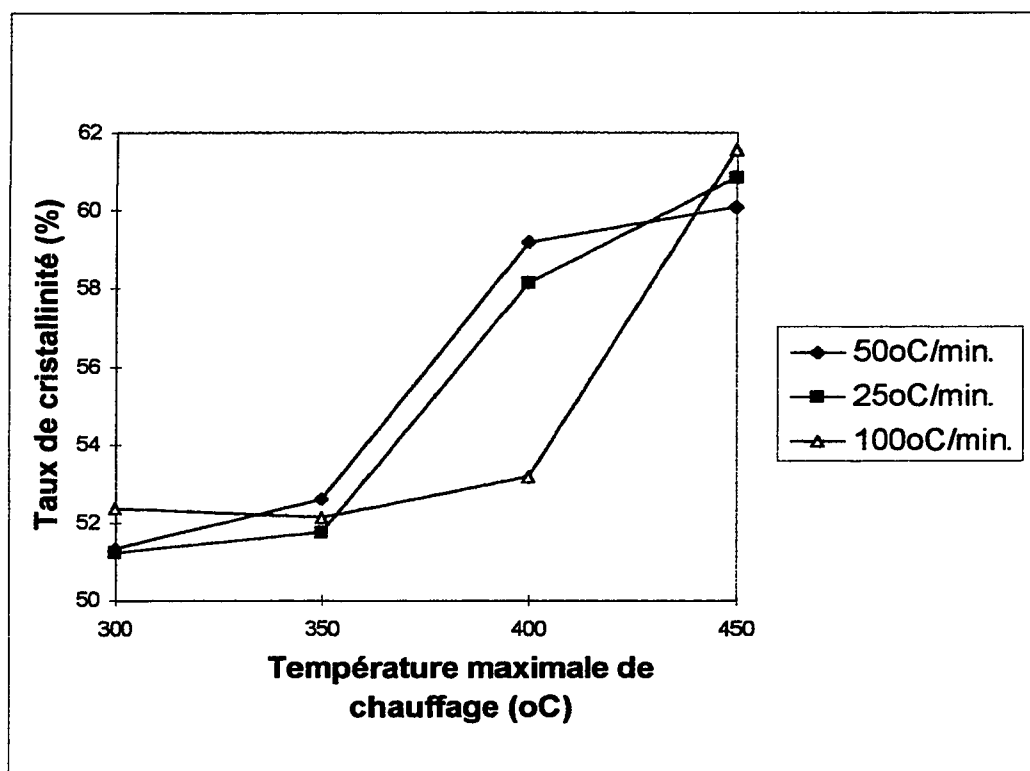
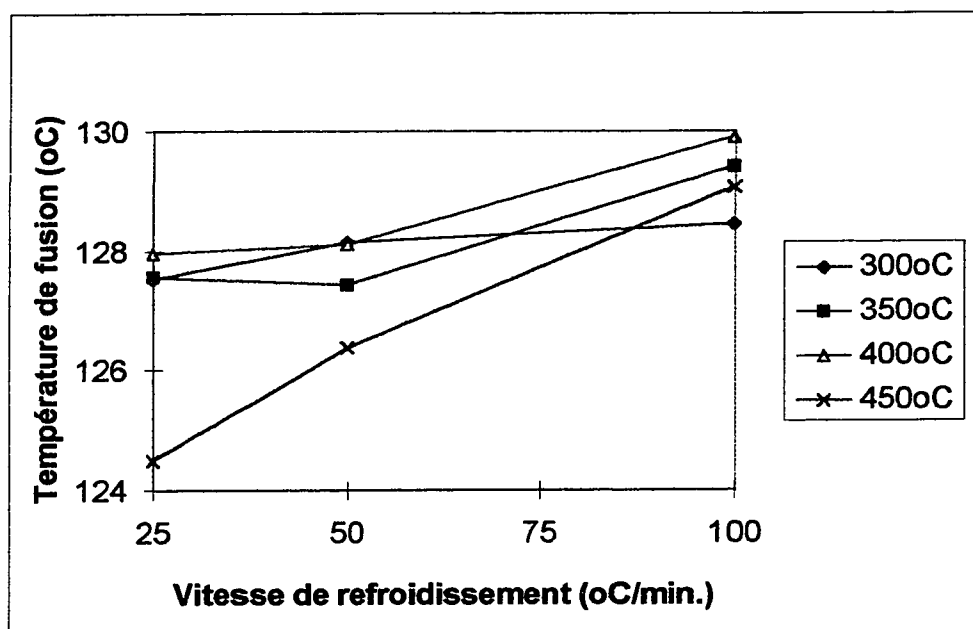


Figure 4.6. Taux de cristallinité versus la température maximale de l'essai, pour trois vitesses de refroidissement

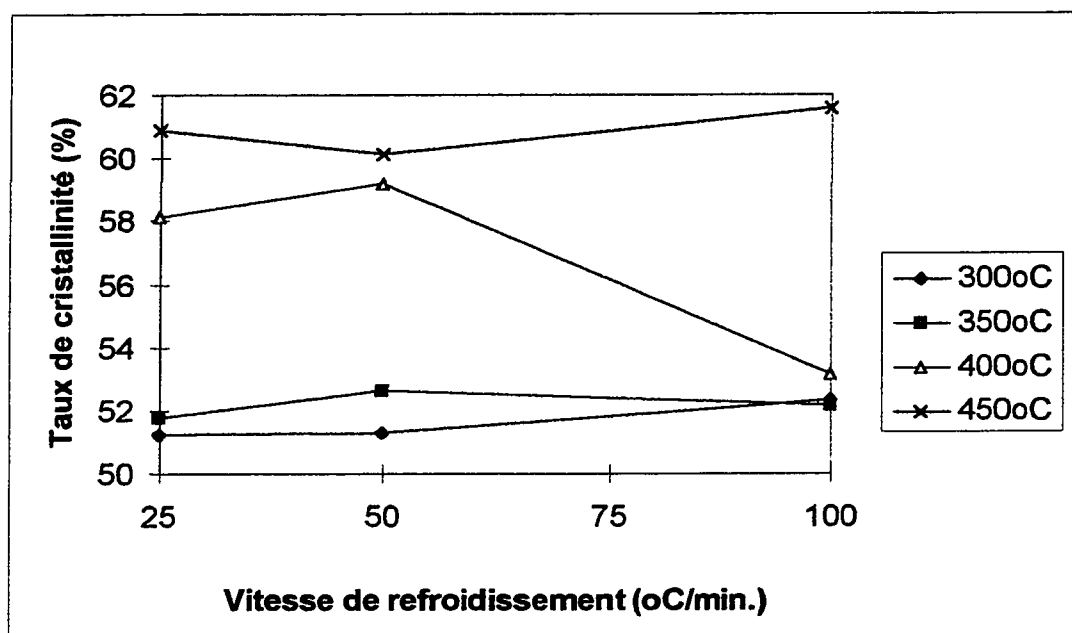
#### 4.3.2.3. Influence des vitesses de refroidissement sur la température de fusion et le taux de cristallinité

Pour les essais à 300, 350 et 400°C, l'augmentation de la vitesse de refroidissement cause une faible augmentation de la température du pic de fusion, qui reste très proche de 128°C (Cf. Figure 4.7). Un comportement différent est observé pour l'essai à 450°C. La température du pic de fusion augmente avec le taux de refroidissement, et elle est plus faible que celle de la géomembrane initiale pour le refroidissement à 25°C/min.

La Figure 4.8 montre l'évolution du taux de cristallinité en fonction de la vitesse de refroidissement. Il semble que pour les températures d'essai 300 et 350°C, la vitesse de refroidissement a peu d'importance sur le taux de cristallinité. Cependant, comme mentionné précédemment, la morphologie cristalline peut être différente suivant la vitesse de refroidissement. Normalement, plus le refroidissement est lent, plus le taux de cristallinité est élevé. Dans cette expérience, ceci n'est pas vérifié : la fusion rapide et le refroidissement immédiat conduit à un comportement complexe du polymère, car la température maximale atteinte par le polymère au cours de la simulation est dépendante de la vitesse de refroidissement.



4.7. Température de fusion versus la vitesse de refroidissement, pour 4 températures de chauffage



4.8. Taux de cristallinité versus la vitesse de refroidissement, pour 4 températures de chauffage

#### 4.3.2.4. Discussion

Gueugnaut et al. (1988) ont étudié la cristallinité de tubes de polyéthylène soudés. Avant soudage, les tubes ont été recuits pendant environ 750 heures dans de l'eau à 80°C, pour homogénéiser leur morphologie cristalline et augmenter leur degré de cristallinité. Après le soudage, la détermination du taux de cristallinité  $X_c$  par microspectrométrie infra-rouge a montré que la cristallinité diminuait quand on approchait de la surface de soudage de 55.7% à 59.3%.

Gueugnaut et al. ont alors étudié la variation de  $X_c$  par DSC pour des échantillons de polyéthylène en fonction de la température maximale atteinte (entre 60 et 180°C) pour différents taux de refroidissement (de 0.1 à 50°C/min.). Finalement, il a été montré que  $X_c$  dépendait du taux de refroidissement pour des températures d'essai supérieures à 140°C (la température de fusion de ce polymère étant de 125°C), en diminuant quand le taux de refroidissement augmentait et devenant plus faible que le  $X_c$  initial pour les vitesses de refroidissement les plus élevés. Ainsi, la morphologie du polyéthylène devenait plus amorphe quand le taux de refroidissement augmentait, ce qui est en accord avec la relation entre taux de cristallinité et vitesse de refroidissement proposé par Avrami (Cf. GFÉAP, 1982) dans le cas d'une cristallisation isotherme.

Dans le cas présent, la rapidité du soudage oblige à utiliser des températures très supérieures à la température de fusion, car la géomembrane doit tout de même atteindre la température de fusion en un bref instant. Le facteur le plus important semble être la température atteinte par le polymère pour une température d'essai (ou de soudage) déterminée. La température réellement atteinte par le polymère augmente quand la température d'essai augmente et lorsque la vitesse de refroidissement diminue. Ainsi, il est difficile de comparer diverses vitesses de refroidissement pour une même température d'essai puisque la température réellement atteinte par le polymère sera différente. Dans notre étude

(Cf. Figure 4.6), la variation du taux de cristallinité est principalement dépendante de la température fixée de l'essai.

#### 4.3.3. L'essai OIT

Les résultats sont donnés au Tableau 4.4 et à la Figure 4.9. La première observation est que le temps d'induction à l'oxydation (OIT) varie pour tous les spécimens par rapport à la géomembrane initiale. Notamment, les échantillons des essais de simulation à haute température fournissent des valeurs d'OIT très basses. D'après Thomas (1998), la forme de la courbe varie d'un échantillon à un autre et dépend de la masse et de la surface du spécimen. Dans notre expérience, les spécimens étaient plus plats et plus exposés à l'oxygène pour les échantillons dont la température du procédé thermique (étape 1) était élevée. Ainsi, il est possible que l'OIT soit sensiblement réduit pour cette raison. Cependant, les résultats montrent une tendance bien marquée et cohérente pour les valeurs d'OIT : plus la température maximale du procédé par DSC est élevée et le refroidissement est lent (i.e. la température atteinte par le spécimen augmente), plus la valeur d'OIT est faible. À haute température, les antioxydants sont plus facilement éliminés. Cependant, pour les essais à 300°C, les valeurs d'OIT sont plus grandes que celle de la géomembrane initiale. On peut supposer que cette sorte de recuit donne une meilleure stabilisation des antioxydants à l'intérieur de la géomembrane. D'autre part, la norme ASTM D3895 indique une limite de répétabilité comprise entre 14 et 33% suivant le type de polyéthylène. Entre deux tests sur le même matériau LLDPE, effectués par le même opérateur sur une machine unique, si la différence entre les deux essais ne dépasse pas 21.9 minutes (sur un OIT de 120 minutes), les résultats peuvent être jugés équivalents. Les 3 essais dont la température maximale est 300°C ont une valeur moyenne d'OIT de 140.4 min., avec un faible écart-type.



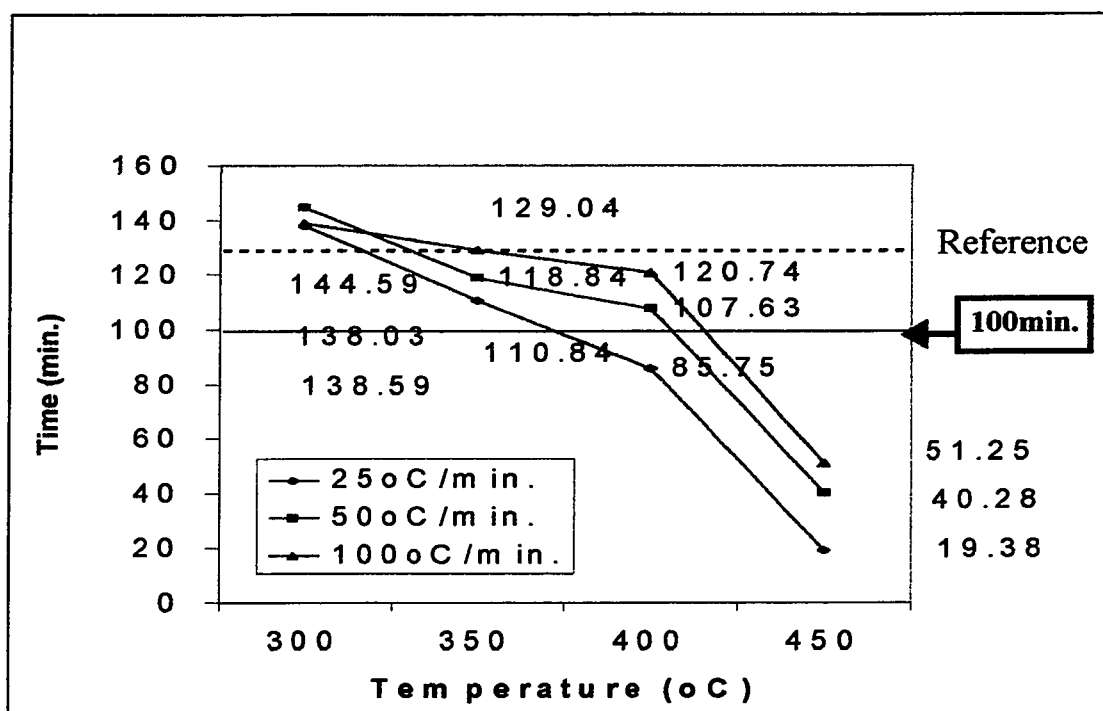


Figure 4.9. Valeurs d'OIT pour 12 conditions de procédé thermique  
(température maximale de chauffage versus la valeur d'OIT)

De la même manière, l'échantillon de référence (i.e. échantillon qui n'a pas subi de procédé thermique), sur lequel l'analyse conventionnelle de DSC a été effectuée, avait un OIT légèrement plus élevé (125.6 min.) qu'un spécimen de la géomembrane initiale (120.0 min.). Cela signifie qu'un cycle thermique relativement doux qui dépasse pourtant la température de fusion (Étape 2, essai conventionnel de DSC, montée en température au taux de 20°C/min. jusqu'à 180°C), n'altère pas la stabilisation des antioxydants.

Pour les autres températures de procédé thermique, les valeurs d'OIT sont toujours inférieures à celle de la géomembrane initiale. Ainsi, le procédé thermique et par extension le procédé de soudage entraînent une diminution de la stabilisation des antioxydants. On peut certainement prévoir une diminution de la durabilité d'une partie du matériau qui a été fondu pendant le soudage.

En considérant la limite de 100 min. à partir de laquelle les valeurs d'OIT sont acceptables pour les géomembranes PEHD (ligne en pointillés sur la Figure V.9), on s'aperçoit que 4 conditions d'essai donnent des OIT insuffisants : les essais à 450°C et celui à 400°C avec un refroidissement contrôlé de 25°C/min.

#### 4.4. Conclusion

L'analyse par DSC (Étape 2) sur les échantillons issus des essais thermiques (Étape 1) montre que les différents cycles thermiques ont une influence sur la structure du polyéthylène, en particulier une augmentation du taux de cristallisation  $X_c$  pour les températures d'essai de 400 et 450°C, tandis que le polymère de l'essai à 500°C est totalement dégradé. Pour les échantillons des essais à 300 et 350°C, la fusion ne semble pas complète, ce qui est une conséquence de la rapidité du cycle thermique qui ne laisse pas le temps au polymère d'atteindre la température programmée.

Par ailleurs, les résultats de l'OIT (Étape 3) montrent que la stabilisation du polymère n'est plus assurée pour les essais de simulation à 450°C et celui à 400°C avec un refroidissement de 25°C/min., en considérant que l'OIT ne doit pas être inférieur à 100 minutes.

Finalement, la machine de DSC peut être utilisée à plusieurs niveaux dans l'étude du comportement thermique de ce polymère : effectuer des cycles thermiques, puis analyser les conséquences de ceux-ci sur la structure et la stabilisation du matériau.

## CHAPITRE 5. DISCUSSION

### 5.1. La machine de soudage.

Exceptées quelques remarques sur son fonctionnement, il est difficile de porter un jugement sur la machine de soudage, car :

- une gamme très large de conditions de soudage est possible et a donné des soudures acceptables - dans le sens qu'il y a réellement soudage ;
- la stabilité des paramètres n'a été vérifiée que sur les indicateurs de la machine et la variation entre les valeurs spécifiées et les conditions réelles de soudage n'a pas été contrôlée ;
- la facilité d'utilisation sur site n'a pas été vérifiée ;
- aucune comparaison avec une autre machine de soudage, à part avec les résultats obtenus par Struve sur un modèle antérieur.

Ce dernier point est sans doute à l'origine des difficultés liés aux choix des conditions de soudage. En effet, toutes les machines se différencient par leur design et par la manière de réguler les valeurs des paramètres de soudage. Pour citer quelques exemples, les dimensions et la mobilité de l'élément chauffant, le dispositif des rouleaux de force, la position des thermocouples et des capteurs de force varient selon les modèles. Il devrait être envisagé d'uniformiser certaines caractéristiques des machines ou d'établir des spécifications pour chaque machine, qui ne seraient pas uniquement reliées aux possibilités des machines (étendue des conditions permettant le soudage) mais aussi à la qualité des soudures obtenues (sélection des soudures de bonne qualité, et donc des conditions de soudage valables parmi toutes celles possibles par une machine). Il faudrait ainsi restreindre la gamme de conditions

de soudage de chaque machine. Cette étape devrait permettre de déterminer les meilleures conditions de soudage : conditions de soudage avec l'essai de pelage, et la qualité à long terme des soudures avec les essais de stress-cracking, tels que l'ASTM D5397 et l'essai BAM. Les spécifications sur les conditions de soudage pour une machine donnée doivent être établies avant le soudage sur site.

De plus, il est possible de contrôler la géométrie des soudures fabriquées par diverses machines. Si la présence de la perle de soudage est préjudiciable au comportement à long terme des soudures, alors les machines qui n'en produiront pas pourront être avantageuses.

À défaut d'être géométriquement identiques, presque toutes les soudures obtenues se distinguent par une caractéristique commune : la présence d'une perle de soudage. Pour certaines conditions, celle-ci est quasi absente ou non-collée à la géomembrane adjacente. Le Tableau V.1 présente les conditions de soudage jugées convenables, dont les soudures sont sans perle ou sans perle collée, en tenant compte des autres critères de sélection (essai de pelage, aspect extérieur de la soudure). Ces résultats sont en contradiction vis-à-vis des possibilités de la machine et de l'idée que l'on se fait d'une soudure acceptable :

- ces conditions correspondent aux plus faibles températures de soudage utilisées ;
- les zones qui constituent véritablement les soudures sont parmi les plus fines des soudures obtenues.

Finalement, l'amélioration principale à viser doit porter sur la conception de l'élément chauffant : autant la position des thermocouples est importante, autant il faudrait limiter le rebut de matière entre l'élément chauffant et les rouleaux de force, qui favorise l'apparition de la perle de soudage. Plusieurs méthodes sont à étudier :

- variation contrôlée de la température sur la longueur de l'élément chauffant ;
- dimensions variables de la largeur de l'élément chauffant ;
- creux dans l'élément chauffant.

Force (N)	Vitesse (mm/min)	Température (°C)				
		300	350	400	450	500
220	4.5	Oui	Non	Non	Non	Non
	9	Oui	Oui	Non	Non	Non
	13.5	Oui	Oui	Non	Non	Non
310	4.5	Oui	Non	Non	Non	Non
	9	Oui	Oui	Non	Non	Non
	13.5	Oui	Oui	Non	Non	Non
445	4.5	Non	Non	Non	Non	Non
	9	Oui	Non	Non	Non	Non
	13.5	Oui	Non	Non	Non	Non
580	4.5	Non	Non	Non	Non	Non
	9	Non	Non	Non	Non	Non
	13.5	Non	Non	Non	Non	Non
770	20	N-E	Non	Non	Non	Non

*Tableau 5.1. Conditions de soudage convenables*

*Oui : convenable*

*Non : pas convenable*

*N-E : non effectuée*

Les modifications peuvent être aussi portées sur les rouleaux de force, de telle manière que la force ne soit pas constante le long de la largeur du rouleau.

Par ailleurs, il semble valable de vérifier l'intérêt du canal d'air si les nouvelles méthodes de contrôle de l'étanchéisation au niveau de la soudure (par exemple, les méthodes ultrasoniques) se révèlent performantes. Ainsi, d'autres possibilités de conception de l'élément chauffant pourraient voir le jour, afin de créer d'autres géométries de soudure.

## **5.2. L'essai de pelage et les conditions de soudage sur site.**

L'essai de pelage a servi à partager les conditions de 'bon' ou de 'mauvais' soudage, en terme d'adhésion. Cependant, il n'a pas permis de différencier autrement les conditions de soudage, au regard des paramètres mesurés. Comme mentionné précédemment, cet essai pourrait être amélioré, pour être plus précis. Entre autres, il faudrait revoir les dimensions et la forme des spécimens nécessaires à cet essai.

Ce sont sur les machines de soudage que les efforts principaux doivent être portés. Le test de pelage est depuis peu décrié ; pourtant il n'est aucunement responsable des mauvaises soudures, et permet, dans sa définition actuelle, d'éliminer les soudures dont l'adhésion n'est pas suffisante.

Cependant, il faut reconnaître que l'essai de pelage, comme tout essai destructif, pose problème puisqu'il tend à augmenter le nombre de défauts et de fuites éventuelles sur site. Mais cet essai est pour l'instant irremplaçable pour vérifier si on a bien une soudure. Afin de limiter un important échantillonnage, l'essai devrait être opéré au début ou à la fin du joint, pour éviter les soudures subséquentes par le procédé de soudage par extrusion.

Les spécifications du soudage sur site devraient inclure d'importantes limitations sur les conditions de temps (température, ensoleillement, humidité, oxydation) permises pour se rapprocher au mieux des conditions de laboratoire, dans l'optique où un contrôle des machines de soudage serait effectué auparavant. Après la réalisation des soudures sur site, le pelage aurait pour unique fonction de contrôler l'influence des facteurs environnementaux. En effet, si les feuilles se séparent au pelage alors que les conditions ont été bien choisies, cela signifie que le mauvais soudage est dû aux conditions sur site. S'il est possible d'éliminer les paramètres de soudage du contrôle des soudures, si les conditions de soudage restent constantes le long de la ligne de soudure, le nombre d'échantillons pour le test de pelage devrait diminuer fortement.

### **5.3. De nouveaux essais.**

Il est nécessaire d'ajouter d'autres essais à l'essai de pelage, pour spécifier rapidement la qualité physique (surchauffée...etc.) et géométrique (profondeur de fusion, présence de la perle, etc.) de la soudure. Les méthodes par DSC et celles par spectroscopie IR sont à envisager.

D'autre part, il semble important de connaître le comportement à long terme des soudures, et de vérifier si les essais de stress-cracking permettraient, dans notre étude, de différencier les conditions de soudage.

Enfin, dans le domaine du soudage des tubes, on constate que certains phénomènes sont pris en considération (comme l'oxydation de surface des tubes), à la différence du soudage des géomembranes : il faut donc développer l'analyse des essais de contrôle du soudage des tubes.



#### 5.4. L'analyse par DSC.

L'analyse par DSC, même si elle a déjà été utilisée pour évaluer les soudures de géomembrane reste à approfondir. Avec une méthode convenable de prélèvement d'échantillons dans la soudure, il serait possible de trouver les conditions de soudage pour lesquelles la morphologie du polymère est la moins modifiée. Aussi, les conditions qui altèrent la géomembrane pourraient être repérées (le surchauffage, par exemple). L'analyse pourrait à la fois porter sur la soudure mais aussi sur la perle de soudage.

Les essais de simulation thermique sur des échantillons de géomembrane semblent prouver qu'il existe une température de l'essai de simulation pour laquelle le taux de cristallinité varie fortement. Cette température serait située entre 350 et 400°C pour les taux de refroidissement à 25 et 50°C/min. et entre 400 et 450°C pour le taux de refroidissement de 100°C/min. Si on considère que les résultats des essais de simulation à 300 et 350°C sont une conséquence de la fusion partielle des échantillons, alors on peut seulement conclure que les essais à 400 et 450°C ont modifié fortement la structure cristalline (avec une augmentation de  $X_c$ ).

Dans l'hypothèse d'une variation de cristallinité suivant les cycles thermiques, on peut se demander :

- 1) si cette variation sera identique d'une géomembrane PEHD à une autre. Si sa position varie, l'analyse par DSC peut se révéler pertinente pour évaluer la température de soudage adéquate. Mais encore là, faudrait-il pouvoir relier la température de soudage (fixée sur la machine) et la température réellement atteinte par le polymère.
- 2) si cette variation a une influence directe sur la qualité des soudures à long terme. Dans ce cas, de quelle façon la structure même de la soudure influence-t-elle la feuille à proximité de la soudure et la fragilise ?

### 5.5. L'essai d'OIT.

Pour les autres températures de procédé thermique, les valeurs d'OIT sont toujours inférieures à celle de la géomembrane initiale. Ainsi, le procédé thermique et par extension le procédé de soudage entraînent une diminution de la stabilisation des antioxydants. On peut certainement prévoir une diminution de la durabilité d'une partie du matériau qui a été fondu pendant le soudage.

Cependant, aucune vérification n'a été effectuée pour s'assurer si d'autres géomembranes PEHD se comportaient de façon semblable, avec des diminutions d'OIT aussi considérables pour certaines conditions de procédé thermique. En effet, les antioxydants peuvent être différents d'un produit à l'autre, et avoir des "résistances" à la température très variables. Ainsi, outre la mesure de l'OIT directement comme contrôle sur les géomembranes, il apparaît judicieux pour les produits qui vont être soudés de vérifier la résistance des stabilisants à la chaleur. Par ailleurs, il est aussi nécessaire d'évaluer la pertinence des valeurs d'OIT sur le comportement à long terme, dans des conditions de vieillissements particuliers (naturels ou accélérés), pour mieux saisir l'intérêt d'un tel essai.

En considérant la limite de 100 min. à partir de laquelle les valeurs d'OIT sont acceptables pour les géomembranes PEHD (ligne en pointillés sur la Figure V.9), on s'aperçoit que 4 conditions d'essai donnent des OIT insuffisants : les essais à 450°C et celui à 400°C avec un refroidissement contrôlé de 25°C/min. Ainsi, puisque le polymère qui atteint la température la plus élevée est évacué dans la perle de soudage, on peut supposer que c'est ce matériau qui risque, pour certaines conditions de soudage, de se dégrader à long terme. Enfin, plus la température de soudage est élevée, plus le polymère de la perle de soudage va avoir tendance à coller à la géomembrane adjacente. Le matériau de la perle de soudage peut être de moins bonne qualité et créer un défaut de surface sur la géomembrane adjacente,

en tension continue sur le site. Si on considère qu'un faible OIT peut être relié à des propriétés mécaniques déficientes à long terme, alors il est possible de supposer que le point de liaison entre la perle de soudage et la géomembrane adjacente sous contrainte sera plus fragile à long terme, comme zone d'amorçage de la fissuration.

## Conclusion

Cette étude sur le soudage par fusion des géomembranes a montré qu'il n'existe pas jusqu'à présent de procédure efficace pour évaluer la qualité des soudures, et donc de prévoir leur comportement à long terme.

L'essai de pelage est loin d'être suffisant, mais demeure essentiel pour évaluer la qualité de l'*adhésion* (i.e. soudage ou non), mais ne semble pas apte à évaluer la qualité de la *soudure*.

En n'oubliant pas que la réalisation sur site demande de nombreuses précautions et est difficilement contrôlable, il faut cependant continuer à développer des méthodes d'analyse des soudures et améliorer en conséquence les machines de soudage.

Enfin, il ne faut pas oublier que le soudage conduit à une modification de la structure du polymère au cours d'un cycle thermique, par la fusion d'une partie de la géomembrane : ainsi, il semble nécessaire d'accroître les connaissances sur les conséquences du soudage sur le polyéthylène et sur les autres polymères utilisés. Comme cela a été montré, le cycle thermique qui correspond au soudage par élément chauffant est particulier et se différencie fortement des autres méthodes de soudage des polymères. Il semble que les analyses de DSC sont appropriés pour ce type d'étude.

Ainsi, trois axes de recherche se trouvent définis pour améliorer la connaissance et la qualité des soudures :

- amélioration des machines de soudage ;
- connaissance des modifications structurelles conséquentes au soudage sur les polymères ;
- recherche de nouveaux essais pour tester les soudures et vérifier l'influence des conditions de soudage sur les essais de stress-cracking.

**BIBLIOGRAPHIE**

AHAGON A., GENT A.N., 1975, Effect of Interfacial Bonding on the Strength of Adhesion, *Journal of Polymer Science: Polymers Physics Edition*, Vol.13, 1285 - 1300.

AGASSANT J.F., AVENAS P., SERGENT J.P., VERGNES B., VINCENT M., 1996, La mise en forme des matières plastiques, *Technique et Documentation*, Lavoisier.

ALBEROLA N., 1989, Spectroscopie mécanique et mobilité moléculaire dans le Polyéthylène. Application : nouvelle approche structurale, Thèse de Doctorat, *Université de Lyon, France*.

ASME, 1993, Use of Plastics and Plastic Composites : Materials and Mechanics Issues, The 1993 ASME Winter Annual Meeting, New-Orleans, Louisiana, edited by Stokes V.K., *G.E. Corporate Research and Development, The American Society of Mechanical Engineers*.

ASTM D413-82 (1993)e1, Standard Test Methods for Rubber Property-Adhesion to Flexible Substrate, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D638-97, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D1693-97a, Standard Test Method for Environmental Stress-Cracking of Ethylene Plastics, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D3417-97, Standard Test Method for Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry (DSC), Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D3418-97, Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Thermal, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D3895-97, Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D4437-84, Standard Practice for Determining the Integrity of Field Seams Used in Joining Flexible Polymeric Sheet Geomembranes, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D5397-95, Standard Test Method for Evaluation of Stress Crack Resistance of Polyolefin Geomembranes Using Notched Constant Tensile Load Test, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D5885-97, Standard Test Method for Oxidative Induction Time of Polyolefin Geosynthetics by High-Pressure Differential Scanning Calorimetry, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM E793-95, Standard Test Method for Enthalpies of Fusion and Crystallization by Differential Scanning Calorimetry, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM E794-95, Standard Test Method for Melting And Crystallization Temperatures By Thermal Analysis, Annual Book of Standards, *American Society for Testing and Materials*.

ATKINSON J.R., DeCOURCY D.R., 1981, The assessment of fusion joint quality and some evidence for the presence of molecular orientation in butt-fusion welds in polyethylene pipes, *Plastics and Rubber Processing and Applications*, Vol. 1, No. 4, 287 - 292.

BAM, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (Federal Institute for Materials Research and Testing), Laboratory 8.32, Landfill Engineering, février 1994, Guidelines for the Certification of Geomembranes as Component of Composite Liners for Municipal and Hazardous Waste Landfills and for Lining Contaminated Land, Allemagne.

BARBER P., ATKINSON J.R., 1972, Some microstructural features of the welds in butt-welded polyethylene and polybutylene-1 pipes, *Journal of Materials Science*, Vol. 7, 1131 - 1136

BARBER P., ATKINSON J.R., 1974, The use of tensile tests to determine the optimum conditions for butt fusion welding certain grades of polyethylene, polybutène-1 and polypropylène pipes, *Journal of Materials Science*, Vol. 9, 1456 - 1466.

BLAINE R.L., LUNDGREN C.J., HARRIS M.B., 1997, Oxidative Induction Time - A Review of DSC Experimental Effects, *Oxidative Behavior of Materials by Thermal Analytical Techniques, ASTM STP 1326*, A.T. Riga and G.H. Patterson, Editors, American Society for Testing and Materials.

BLAINE R.L., HARRIS M.B., 1997, A Proposed Reference Material for Oxidative Induction Time by Differential Scanning Calorimetry, *Oxidative Behavior of materials by Thermal Analytical Techniques, ASTM STP 1326*, A.T. Riga and G.H. Patterson, Editors., American Society for Testing and Materials.

BMFT Integrated Research Programme FKZ 1470486, 1992, Assessment of the Long-term Behavior of the Weld Seams of Geomembranes for Basal Liners and Landfill Cappings, *Research Report, South German Centre for Plastics*, Würzburg.

BRINKEN F., 1983, Influence de la migration des adjuvants sur la soudabilité et les propriétés de surface des polyoléfines, *Soudage et Techniques Connexes*, Janvier/février, 37 - 41.

BOWMAN J., 1997, A Review of the Electrofusion Joining Process for Polyethylene Pipe Systems, *Polymer Engineering and Science*, Vol. 37, No. 4, avril, 674 - 691.

BRANDRUP J., IMMERGUT E.H., 1989, *Polymer Handbook*, 3rd Ed., Edited by J. Brandrup and E.H. Immergut, John Wiley & Sons, Inc.

CADWALLADER M.W., BURKINSHAW J.R., 1991, Molecular and Rheological Changes in Polyethylene Occuring From Heat Seaming HDPE Liners, *Proceedings of the Geosynthetics '91 Conference*, Atlanta GA, USA, février, 317 - 332.



CADWALLADER M., PEGGS I.D., LAINE D.L., 1994, Making the QA/QC Paradigm Cost-effective and Relevant, *Geotechnical Fabrics Report*, Vol. 12, No. 7, septembre.

CADWALLADER M., JETT K., 1997, Current Quality issues in Polyethylene Geomembrane Installation : The Devil is in the Details, *Proceedings of the 11<sup>th</sup> GRI Conference « Field Installation of Geosynthetics »*, Geosynthetic Research Institute, Drexel University, Philadelphia PA, USA, 86 - 103.

CADWALLADER M., Time to shift the paradigm : The « cutting edge » of geomembrane QA/QC, 1998, *Geotechnical Fabrics Report*, avril, 56 - 57.

CALINAUD B., 1993, Plastic Pipes and Their Weldments, *Welding in the World/Le soudage dans le Monde*, Vol. 32, 125 - 135.

CARLSON D.S., CHARRON R.M., WINFREE J.P., GIROUD J.P., McLEARN M.E., Laboratory Evaluation of HDPE Geomembrane Seams, *Proceedings of the Geosynthetics'93 Conference*, Vancouver, Canada, 1543 - 1557.

CHARRON R.M., 1989, Polymers for Synthetic Linig Systems: Some Molecular Structure-Property-Application Relationships, *Proceedings of the Geosynthetics '89 Conference*, San Diego USA, 408 - 420.

CHOU N.J., KOWALCZYK S.P., SARAF R., TONG H.M., 1994, Characterization of Polymers, Materials Characterization Series, *Manning Publications Co. & Butterworth-Heinemann*.

DAVIES A.C., 1993, The welding of plastics, The science and practice of welding, Volume 2, The practice of welding, Tenth edition, *Cambridge University Press*, 356 - 380, England.

DATTA N.K., BIRLEY A.W., 1982, Thermal Analysis of Polyethylene Blends, *Plastics and Rubber Processing and Applications*, Vol. 2, No. 3, 237 - 245.

DeCOURCY D.R., ATKINSON J.R., 1977, The use of tensile tests to determine the optimum conditions for butt welding polyethylene pipes of different melt flow index, *Journal of Materials Science*, Vol. 12, 1535 - 1551.

DVS 2225, Part 1, février 1991, Joining of Lining Membranes Made from Polymeric Materials (Geomembranes) in Geotechnical and Hydraulic Application - Welding, Bonding by adhesives, Vulcanising, *German Welding Society*.

DVS 2225, Part 2, août 1992, Joining of Lining Membranes Made from Polymeric Materials in Earth Construction and Hydraulic Engineering - Construction Site Tests, *German Association for welding Techniques E.V.*

DVS 2225, Part 3 (Draft), février 1993, Joining of Lining Membranes Made from Polymeric Materials in Earth Construction and Hydraulic Engineering - Requirements for Welding Machines and Welding Equipment, *German Association for welding Techniques E.V.*

EBERHART J.P., 1997, Analyse structurale et chimique des matériaux, *Dunod*.

ENGINEERED MATERIALS HANDBOOK, 1995, Michelle M. Gauthier, Volume Chair, ASM International Handbook Committee.

EPA, 1993, Quality Assurance and Quality Control for Waste Containment Facilities, *Technical Guidance Document, Environmental Protection Agency*, Development DC 20460, septembre, 157 - 160.

FOREST J.P., 1997, Cast contre tubulaire, *Caoutchoucs & Plastiques*, No. 757, mars, 48 - 53.

GAGNÉ S., 1993, Des déchets sous enveloppe, *Québec Science*, mai, 27 - 28.

GENT A.N., KINLOCH A.J., 1971, Adhesion of Viscoelastic Materials to rigid Substrates, III. Energy Criterion for Failure, *Journal of Polymer Science: Part A-2*, Vol.9, 659 - 668.

GFÉAP, 1982, Groupement Français d'Études et d'Applications des Polymères, Vol. 1, *CNRS-CERMAV*, Saint-Martin d'Hères.

GIROUD J.P., PEGGS I.D., 1990, Geomembrane Construction Quality Assurance, *Waste Containment Systems: Construction, Regulation, and Performance, Geotechnical Special Publication No. 26, ASCE*, R. Bonaparte, Editor, 190 - 225.

GIROUD J.P., TISSEAU B, SODERMAN K.L., BEECH J.F., 1995, "Analysis of Strain Concentration Next to Geomembrane Seams", *Geosynthetics International*, Vol. 2, No. 6, 1049 - 1097.

GOURC J.P., LAFLEUR J., RIGO J.M., ROLLIN A., 1985, Les géotextiles et les géomembranes, cours intensif, *Ecole Polytechnique de Montréal*, septembre.

GRIMM R.A., 1990, Fusion Welding Techniques for Plastics, *Welding Journal*, mars, 23 - 28.

GRIMM R.A., 1995, Welding process for plastics, *Advanced Materials & Processes*, No.3, 27 - 30.

G'SELL C., HAUDIN J.M., 1995, Introduction à la mécanique des polymères, INPL - Mecamat - GFP - Apollor - Firtech, *Institut National Polytechnique de Lorraine*.

GUEUGNAUT D., WACKERNIE P., FORGERIT J.P., 1988, Infrared Microspectrometric Study of the Thermal History of Fusion Welding of Polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 35, No. 6.

GUEUGNAUT D., SAINT-ROYRE, REVERET, 1989, Test Methodology for Determination of Optimum Fusion Welding Conditions of Polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 38, No. 1.

GUEUGNAUT D., NUSSBAUM M., 1989, Characterization of PE Welding Mechanisms. Application to Electro-welding, *Preprints of International Gas Research Conference*, November 6 - 9, Tokyo, Japan, 19 - 28.

GUEUGNAUT D., LAPPAL G., VAUTHERIN P., ROUSSELOT D., 1993, Influence of the Oxidation Level on the Fusion Welding Behavior of Polyethylene Pieces aged under Accelerated Conditions in Laboratory and Weathering Conditions on Real Site. Characterization and Modellization of the Implied Physico-chemical Mechanisms, *Gaz de France, Proceedings 30th International Plastic fuel gas pipe Symposium*, November 1 - 4, San Antonio TX, USA, 252 - 260.

GUEUGNAUT D., BOYTARD K., PAVIET L., PIXA R., STERZYNSKI T., 1994, Microstructure Dependence of Mechanical Behavior of Extruded Medium Density Polyethylene Rods, *European Regional Meeting, The Polymer Processing Society*, Strasbourg France, août, 81 - 82.

GUEUGNAUT D., ROUSSELOT D., 1995, Microstructure Dependence of Mechanical Behavior of Polyethylene Gas Pipes, *European Meeting, The Polymer Processing Society*, Stuttgart Allemagne, septembre, 6.18.

GUEUGNAUT D., 1995, Cours du département Sciences des Matériaux, *Ecole Universitaire d'Ingénieurs de Lille*, France.

GUEUGNAUT D., BOYTARD K., DANG VAN K., OUAKKA A., MAMOUN M.M., KANNINEN M.F., KUHLMAN C.J., POPELAR C.H., BERNARDINI G., FRASSINE R., RINK M., BERGGREN B., TRÄNKNER T., 1995, Collaborative Research on the Long-Term Service Integrity of Polyethylene Gas Pipes, *Preprints of the 1995 International Gas Research Conference, Vol. III: Transmission and Storage, Distribution*, Cannes France, novembre.

HAÏM G., ZADE H.P., 1950, Soudage des plastiques, traduction de Mayer M., *Éditions Dunod*.

HAÏM G., 1957, Soudage des plastiques, volume II, Polyéthylène, traduction de Meyer M., *Éditions Dunod*.

HALSE Y.H., KOERNER R.M., LORD A.E., Jr., 1990, "Stress Cracking Morphology of Polyethylene (PE) Geomembrane Seams", *Geosynthetics : Microstructure and*

*Performance, ASTM STP 1076*, I.D. Peggs, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 78 - 89.

HOLTZ R.D., CHRISTOPHER B.R., BERG R.R., 1997, *Geosynthetic Engineering*, BiTech Publishers Ltd., Canada, juin.

HSUAN Y.G., YIM G.K., KOERNER R.M., 1995, Evaluation of Geomembranes Made from Different Blends of Polyethylene, *Proceedings of the Geosynthetics'95 Conference*, 509 - 523.

HSUAN Y.G., KOERNER R.M., 1997, Antioxidant Depletion Lifetime in High Density Polyethylene Geomembranes, Accepted by ASCE, *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental*.

HSUAN Y.G., GUAN Z., 1998, Antioxidant Depletion During Thermal Oxidation of High Density Polyethylene Geomembranes, *Sixth International Conference on Geosynthetics*, Atlanta USA, 375 - 380.

IMACHI M., 1986, Effect of Bonding Temperature on The Interfacial Bonding Strength of Polyethylene/Propylene and Others Polymers, *Journal of Polymer Science: Part C: Polymer Letters*, Vol.24, 537 - 540.

INGOLD T.S., 1994, *The Geotextiles and Geomembranes Manual*, First Edition, Elsevier Advanced Technology, Oxford UK.

JAROS D.L., 1991, Closing hazardous landfills, *Civil Engineering*, April, 64 - 67.

JETT K., CADWALLADER M., 1997, Landfill closures : Comparing two sequentially closed cells, *Geotechnical Fabrics Report*, octobre-novembre, 45 - 50.

JOHN P., KOCH R., Long-Term Durability of Weld Bonds in HDPE Geomembranes, *DVS Reports*, Volume 111.

Joining plastics, 1995, *Machine Design*, 14 septembre, 77 - 78.

JUD K., KAUSCH, 1979, Load Transfer Through Chain Molecules After Interpenetration at Interfaces, *Polymer Bulletin*, Springer-Verlag, 1, 697 - 707.

KENNEDY M.A., PEACOCK A.J., MANDELKERN L., Tensile Properties of Crystalline Polymers: Linear Polyethylene, 1994, *Macromolecules*, 27, 5297 - 5310.

KIMMET J., PEGGS I.D., TISINGER L.G., 1987, Differential Scanning Calorimetry Interpretation of Results Obtained on Polyethylene Geosynthetics, *Proceedings of the 10<sup>th</sup> Annual Madison Waste Conference*, Madison WI, USA, septembre, 127- 145.

KOERNER R.M., 1994, Designing with Geosynthetics, Third Edition, *Prentice-Hall Inc.*

KITAO K., 1997, A Study of Brittle-Ductile Transition in Polyethylene, *Polymer Engineering and Science*, Vol. 37, No. 5, mai, 777 - 788.

LEFÈBVRE M., 1991, Développement d'un essai d'impact pour la mesure de la fragilité des joints des géomembranes, Mémoire de Maîtrise, Département de Génie Civil, *École Polytechnique de Montréal*, Canada.

LE HUY M., AUBIN C., 1997, Pr vision du comportement   long terme des polym res, *Plastiques Modernes et  lastom res*, mars, 45 - 48.

LOPEZ TORRES I., 1995, Utilisation du poly thyl ne de haute densit  recycl  pour la fabrication des g omembranes, M moire de Ma trise, D partement de G nie Chimique, * cole Polytechnique de Montr al*, Canada.

LORD Jr A.E., HALSE Y.H., KOERNER R.M., 1990, Emerging Methods for Geomembrane Seaming, *Geotextiles and Geomembranes*, No. 9, 357 - 367.

LORD Jr A.E., KOERNER R.M., WAYNE M.H., 1991, Residual Stress Measurements in Geomembrane Sheets and Seams, *Proceedings of the Geosynthetics'91 Conference*, Atlanta GA, USA, f vrier, 333 - 349.

LU X., QIAN R., BROWN N., 1991, Notchology - the effect of the notching method on the slow crack growth failure in a tough polyethylene, *Journal of Materials Science*, 26, 881 - 888.

LU X., BROWN N., 1991, Unification of ductile failure and slow crack growth in an ethylene-octene copolymer, *Journal of Materials Science*, 26, 612 - 620.

L UDERS G., 1998, Assessment of Seam Quality and Optimization of the Welding Process of HDPE Geomembranes, *Sixth International Conference on Geosynthetics*, Atlanta USA, 337 - 344.

LUSTIGER A., MARKHAM R.L., 1983, Importance of tie molecules in preventing polyethylene fracture under long-term loading conditions, *Polymer*, Vol.24, d cembre, 1647 - 1654.



MARANDA L., 1995, Comportement mécanique des soudures de géomembranes, Mémoire de Maîtrise, Département de Génie Chimique, *Ecole Polytechnique de Montréal*, Canada.

MARCOTTE M., LAGACÉ S., 1990, Technical Note on Hot Air Seaming of High-Density Polyethylene Geomembranes, *Geotextiles and Geomembranes*, No. 9, 319 - 323.

MESLOH R.E., 1989, Thermally Conductive Plastics, *Handbook of Applied Thermal Design*, McGraw-Hill, N.Y., Part 6, Chap. 5.

MILLS J.A., STANG J.R., 1997, Temperature Corrected Tensile Strengths for Geomembrane Field Seams, *Proceedings of the Geosynthetics'97 Conference*, 439 - 452.

MLYNAREK J., MARCOTTE M., SARAZIN P., 1998, Thermal Treatment of HDPE Geomembrane Sheets, *Sixth International Conference on Geosynthetics*, Atlanta USA, 323 - 329.

NATROP J., Welding HD-PE geomembranes by hot-gas welding method. An up-to-date alternative !, University of Paderborn, *FB10/Plastics Technology*.

NSF International Standard, 1993, Flexible Membrane Liners NSF54, *NSF International*, Ann Arbor, Michigan USA.

OUDET C., 1993, Polymères - Structure et propriétés - Introduction, *Masson*.

PARMAR R., BOWMAN J., 1989, Crack Initiation and Propagation Paths for Brittle Failures in Aligned and Misaligned Pipe Butt Fusion Joints, *Polymer Engineering and Science*, Vol.29, No.19, mi-octobre, 1396 - 1405.

PEGGS I.D., ROSE S., 1985, Practical Aspects of Polyethylene Geomembrane Seam Welding, *Geotechnical Fabrics Report*, février, 12 - 16.

PEGGS I.D., LITTLE D., 1985, The Effectiveness of Peel and Shear Tests in Evaluating HDPE Geomembrane Seams, *Proceedings of the Second Canadian Symposium on Geotextiles and Geomembranes*, Edmonton, Canada, 141 - 146.

PEGGS I.D., 1988, Failure and Repair of Geomembrane Lining System, *Geotechnical Fabrics Report*, november, 13 - 18.

PEGGS I.D., CARLSON D.S., 1990, Brittle Fracture in Polyethylene Geomembranes, *Geosynthetics : Microstructure and Performance*, ASTM STP 1076, I.D. Peggs, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 57 - 77.

PEGGS I.D., CARLSON D.S., 1990, The Effects of Seaming on the Durability of Adjacent Polyethylene Geomembranes, *Geosynthetic Testing for Waste Containment Applications*, ASTM STP 1081.

PEGGS I.D., 1995, Assessing Geomembrane Seam Strength - Nondestructively, *Geotechnical Fabrics Report*, juin/juillet, 16 - 20.

PEGGS, I.D., 1997, We need to reassess HDPE seam specifications, *Geotechnical Fabrics Report*, juin/juillet, 46 - 47.

PEGGS, I.D., 1998, Communication personnelle.

PELTE, T., 1993, Étude théorique et expérimentale de la fonction étanchéité et du comportement thermique des géomembranes, Thèse de Doctorat, *Université Joseph Fourier, Spécialité Mécanique*, Grenoble France, octobre.

POPELAR C.H., KENNER V.H., WOOSTER J.P., 1991, An Accelerated Method for Establishing the Long Term Performance of polyethylene Gas Pipe Materials, , *Polymer Engineering and Science*, Vol.31, No.24, décembre, 1693 - 1700.

POPELAR S.F., POPELAR C.H., KENNER V.H., 1991, Creep crack growth in joints of a thermoplastic, *International Journal of Fracture*, 50, 115 - 130.

POTENTE H., TAPPE P., 1989, Scale-Up Laws In Heated Tool Butt welding of HDPE and PP, *Polymer Engineering and Science*, Vol. 29, No. 23, mi-décembre, 1642 - 1648.

POTENTE H., BRÜSSEL A., 1997, Investigation into Increasing Weld Strength through the Use of Profiled Hot Plates, *Antec'97*, 1233 - 1237.

PROGELHOF R.C., THRONE J.L., 1993, Polymer Engineering Principles - Properties, processes, and Tests for Design, *Hanser Publishers*.

QUIRK R.P., ALSAMARRAIE M.A.A., 1989, Physical Constants of Poly(ethylene), *Polymer Handbook*, 3rd Ed., Edited by J. Brandrup and E.H. Immergut, John Wiley & Sons, Inc., V/15 - V/26.

RIETSCH F., 1995, Structure et Propriétés des Polymères à l'état solide, *École Universitaire d'Ingénieurs de Lille, Université de Lille Flandres Artois*.

RIETSCH F., 1995, Physique des Polymères, *École Universitaire d'Ingénieurs de Lille, Université de Lille Flandres Artois*.

ROLLIN A.L., 1998, Les géomembrane en polyéthylène haute densité, l'alternative valable aux systèmes de sols argileux (1<sup>ère</sup> partie), *Géoglobe*, No. 1, Printemps, 22 - 25.

ROLLIN A.L., VIDOVIC A., CIBUTARIU V., 1989, Assessment of HDPE Geomembrane Seams, *Proceedings of the Second International Landfill Symposium, Sardinia*, XIX.1 - XIX.11.

ROLLIN A.L., VIDOVIC A., DENIS R., MARCOTTE M., 1989, Evaluation of HDPE Geomembrane Field Welding Technics : Need to improve Reliability of Quality Seams, *Proceedings of the Geosynthetics'89 Conference, San Diego, USA*, 443 - 455.

ROLLIN A.L., VIDOVIC A., DENIS R., MARCOTTE M., Microscopic Evaluation of High-Density Polyethylene Geomembrane Field-Welding Techniques, *Geosynthetics : Microstructure and Performance, ASTM STP 1076*, I.D. Peggs, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 34 - 47.

ROLLIN A.L., FAYOUX D., 1991, Geomembrane Seaming Techniques, *Geomembranes - Identification and Performance Testing, Report of Technical Committee 103-MGH, Mechanical and Hydraulic Testing of Geomembranes, RILEM*, edited by A. Rollin and J-M. Rigo, Chapman and Hall, 59 - 79.

ROLLIN A.L., FAYOUX D., BENNETON J.P., 1991, Non destructive and destructive seam testing, *Geomembranes - Identification and Performance Testing, Report of Technical Committee 103-MGH, Mechanical and Hydraulic Testing of Geomembranes, RILEM*, edited by A. Rollin and J-M. Rigo, Chapman and Hall, 80 - 106.

ROLLIN A.L., MONTGRAIN F., LAFLEUR P., MARANDA L., 1998, The Influence of the Welding Parameters for HDPE Geomembranes, *Sixth International Conference on Geosynthetics*, Atlanta USA, 331 - 335.

ROSE L.J., CHANNEL A.D., FRYE C.J., CAPACCIO G., 1994, Slow Crack Growth in Polyethylene: A Novel Predictive Model Based on the Creep of Craze Fibrils, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.54, 2119 - 2124.

SANDBERG H., 1997, La soudure des tubes PE de grand diamètre, *Plastiques Modernes et Elastomères*, janvier / février, 32 - 35.

SARAZIN P., 1996, Caractérisation des géomembranes PEHD, *École Universitaire d'Ingénieurs de Lille / SAGEOS*, France et Canada.

SARAZIN P., 1997, Analyse par XPS de la surface d'une géomembrane de Polyéthylène Haute Densité, Rapport de Cours, *École Polytechnique de Montréal*.

SAUERBRUNN S.R., THOMAS L.C., 1988, Thermal Analysis, What it is, What it can do for you, chapitre 3 de *Instrumentation for Thermoplastics Processing*, Hanser Publishers, 51 - 71.

SEEGER S., MÜLLER W., 1995, Requirements and Testing of Protective Layer Systems for Geomembranes, BAM, *Proceedings on the 9<sup>th</sup> GRI Conference, Geosynthetic Research Institute*, Drexel University, Philadelphia, décembre, 175 - 184.

SEEGER S., MÜLLER W., 1996, Requirements and Testing of Protective Layer Systems for Geomembranes, *Geotextiles and Geomembranes*, 14, 365 - 376.

SHANAHAN M.E.R., 1980, Fissuration du polyéthylène sous contrainte en milieu liquide, Thèse de Doctorat, *Université de Haute Alsace*, France.

STERZYNSKI T., CALO P., PIXA R., GUEUGNAUT D., 1996, Thermal Relaxation in Extrusion-Oriented Polyethylene Rods, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 60, 1201 - 1208.

STREBEL J.J., MOET A., 1993, Plane Strain and Plane Stress Analysis of Fatigue Crack Propagation in Medium Density Polyethylene Pipe Materials, *Polymer Engineering and Science*, Vol.33, No.4, février, 217 - 226.

STRUVE F., 1993, Consistent Wedge Welders, *Geosynthetic Research Institute, Drexel University, Proceedings of the 7th GRI Seminar, Geosynthetics Liner Systems : Innovations, Concerns and Designs*, December 14 - 15, Philadelphia, USA, 9 - 23.

STRUVE F., 1998, Conversation personnelle.

TANAKA A., KITAMURA M., TOKUMITSU K., NISHIMURA H., HIGUCHI H., 1997, Ultrasonic Evaluation of Butt Fusion Welded Polyethylene Pipes 1. Preliminary Results, *Antec'97*, 1223 - 1226.

TAYLOR N.S., TROUGHTON M.J., 1997, European Standards Developpement in Plastics Welding - Welder Approval and Mechanical Testing, *Antec'97*, 1210 - 1213.

THOMAS L.C., 1987, Specialty applications of thermal analysis, *American Laboratory*, janvier.

THOMAS R.W., CASSIDY P.E., 1993, An introduction to polymer science for geosynthetic applications, Part 1 : Molecular structure and polymer types, *Geotechnical Fabrics Report*, juillet/août, 32 - 36.

THOMAS R.W., CASSIDY P.E., 1993, An introduction to polymer science for geosynthetic applications, Part 2 : Molecular weight and distribution, The amorphous state, Crystallization and semi-crystalline polymers, *Geotechnical Fabrics Report*, septembre, 10 - 14.

THOMAS R.W., CASSIDY P.E., 1993, An introduction to polymer science for geosynthetic applications, Part 3 : Physical properties, *Geotechnical Fabrics Report*, octobre, 25 - 34.

THOMAS R.W., CASSIDY P.E., 1993, An introduction to polymer science for geosynthetic applications, Part 4 : Mechanical properties : short-term properties and long-term properties, *Geotechnical Fabrics Report*, novembre, 18 - 21.

THOMAS R.W., CASSIDY P.E., 1994, An introduction to polymer science for geosynthetic applications, Part 5 : Additives, Stabilizers, Antioxidants, UV Stabilizers, Plasticizers, *Geotechnical Fabrics Report*, janvier, 12 - 14.

THOMAS R.W., CASSIDY P.E., 1994, An introduction to polymer science for geosynthetic applications, Part 6 : Processing, Extrusion, Calendering, *Geotechnical Fabrics Report*, février, 6 - 10.

THOMAS R.W., KOERNER R.M., 1995, Advances in HDPE Barrier Walls, *Proceedings on the 9<sup>th</sup> GRI Conference*, Geosynthetic Research Institute, Drexel University, Philadelphia, décembre, 202 - 215.

THOMAS R.W., KOLBASUK G., MLYNAREK J., 1995, Assessing the quality of HDPE Double Track Fusion Seams, *5<sup>th</sup> International Landfill Symposium*, Sardinia.

THOMAS R.W., ALLEN S.R., 1997, Testing and Specifying Geomembranes, Geosynthetics Testing Laboratories, *TRI / Environmental, Inc.*, Austin TX.

THOMAS R.W., 1998, The Oxidative Induction Time Tests, *Geotechnical Fabrics Report*, janvier/février, 14 - 16.

TISINGER L.G., GIROUD J.P., 1993, The Durability of HDPE Geomembranes, *Geotechnical Fabrics Report*, septembre, 4 - 8.

TRÄNKNER T., HEDENQVIST M., GEDDE U.W., 1996, Structure and Crack Growth in Gas Pipes of Medium-Density and High-Density Polyethylene, *Polymer Engineering and Science*, Vol.36, No.16, août, 2069 - 2076.

TROTIGNON J.P., VERDU J., DOBRACGINSKY A., PIPERAUD M., 1996, Précis de Matières Plastiques, Structures-Propriétés, Mise en oeuvre, Normalisation, *AFNOR, Editions Nathan*.



VAN SANTVOORT G.P.M.T., 1995, Geosynthetics in Civil Engineering, Centre for Civil Engineering Research and Codes, *Netherlands Geotextile Organization, A.A. Balkema*, Rotterdam Netherlands.

VEN, S. VAN DER, 1990, Polypropylene and other polyolefins : polymerization and characterization, Studies in Polymer Science 7, *Elsevier Science Publishers B.V.*

VERMEERSCH O., MLYNAREK J., 1995, Développement de la méthode de recuit pour l'analyse de la qualité des soudures de géomembranes PEHD, *Rapport d'étude, SAGEOS*, Canada, 3 - 19.

VIDOUSE F., 1995, Le soudage des matières plastiques, *Plastiques Modernes et Elastomères*, octobre, 113 - 115.

WARD A.L., LU X., BROWN N., 1990, Accelerated Test for Evaluating slow Crack Growth of Polyethylene Copolymers in Igepal and Air, *Polymer Engineering and Science*, Vol.30, No.18, septembre, 1175 - 1179.

WATSON M.N., MURCH M.G., 1989, Optimizing Hot Plate Welding of Thermoplastics, *Plastics Engineering*, juin, 47 - 49.

WOODWARD A.E., 1995, Polymer Morphology, *Hanser Publishers, Hanser/Gardner Publications*, Cincinnati.

WOOL R.P., YUAN B.L., MCGAREL O.J., 1989, Welding of Polymer Interfaces, *Polymer Engineering and Science*, Vol.29, No.19, mi-octobre, 1340 - 1367.

YAMAKAWA S., 1976, Hot-Melt Adhesive Bonding of Polyethylene With Ethylene Copolymers, *Polymer Engineering and Science*, Vol.16, No.6, juin, 411 - 418.

YEH J.T., CHEN H.H., HONG H.S., 1994, Environmental Stress Cracking behavior of Short-Chain Branch Polyethylenes in Igepal Solution Under a Constant Load, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.54, 2171 - 2186.

YEH H.J., 1997, Infrared Welding of Polyethylene Pipes, *Plastics Engineering*, mars, 103 - 105.

YEH J.T., CHEN H.H., HONG H.S., 1994, Environmental Stress Cracking Behavior of Short-Chain Branch Polyethylenes in Igepal Solution Under a Constant Load, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.54, 2171 - 2186.

YIM G., GODIN M., 1993, Long-Term Heat Aging Stabilization Study of Polyethylene and Its Relationship With Oxidative Induction Time (OIT), *Proceedings of the Geosynthetics'93 Conference*, Vancouver Canada, 803 - 815.

YU T.H., WILKES G.L., 1996, Orientation Determination and Morphological Study of High Density Polyethylene (HDPE) Extruded Tubular Films: Effect of Processing Variables and Molecular Weight Distribution, *Polymer*, Vol. 37, No. 21, 4675 - 4687.

ZHUOMIN D., SPRUIELL J.E., 1996, An Experimental Method for Studying Nonisothermal Crystallization of Polymers at Very High Cooling Rates, *Journal of Polymer Science : Part B : Polymer Physics*, Vol. 34, 2783 - 2804.